

# **EXHIBIT 89**

COPIE CERTIFIÉE  
CONFORME DES DONNÉES  
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

CONFIDENTIEL

**SAMPLE N° 825423**

**REANALYSIS**

**LIST OF CONTENT**

<b>SECTION 1 : ADMINISTRATIVE PART</b>		<b>pages 1-4</b>
<u>Internal chain of custody of bottles</u>		1
<u>Internal chain of custody of aliquots</u>		4
<b>SECTION 2 : TECHNICAL PART</b>		<b>pages 5-87</b>
<u>Confirmation analysis by GC/C/IRMS</u>		5-87
1- List of performed analyses		5
2- Confirmation Instruction		6
3- Method and preparative form		8
4- GC/MS analysis		27
4-1 Description of GC/MS analysis		27
4-2 GC/MS analysis data		29
- Injection sequence		29
- Positive references		30
- Negative aliquot and Sample A 825423 for each fraction		34
4-3 Data on Instrument performances		46
4-4 Result form		49
5- Isotopic ratio analysis		52
5-1 Description of GC/C/IRMS analysis		52
5-2 Isotopic ratio analysis data		55
- Injection sequence		55
- Negative aliquot and Sample A 825423 for each fraction		56
5-3 Data on Instrument performances		68
5-4 Result form		86
<b>SECTION 3 : Certificate of analysis n°30209</b>		<b>page 88</b>

<b>a f l d</b> Département des analyses	<b>ENREGISTREMENT</b>	Codification : E-CE-01 Version : E Date : 21/03/2007 1/2
<b>FORMULAIRE DE TRAITEMENT DE L'ECHANTILLON LORS D'UNE ANALYSE DE CONTROLE</b>		

Date de l'analyse de contrôle : 17.04.2007

**Demande**

Demande faite par : U.S.A.D.A.

N° d'échantillon concerné : A.815423

Nature du milieu biologique : URINE

COPIE CERTIFIÉE  
CONFORME DES DONNÉES  
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

**Identification des personnes présentes pour l'analyse de contrôle**

Laboratoire		Témoin indépendant	Expert	Autres
Nom : Dr. DOCTEUR	Crimes Bureau	FILECAT Claire		
Signature : <i>[Signature]</i>	<i>[Signature]</i>	<i>[Signature]</i>		<i>[Signature]</i>

**Chaîne de détention interne**

Lieu de déstockage : Chambre froide  Congélateur  n° : CHF N°1 (+4°C)

Conditions de stockage : -80°C  -20°C  +4°C

Destockage des flacons : A  B

Date : 17.04.2007 Heure : 11 h 25 Opérateur : P.1

**Vérification de l'identification**

Système : Versapak  Berlinger  Autre  N° : A.815423

Conformité par rapport au procès verbal de contrôle antidopage : Oui  Non

Intégrité des scellés : Oui  Non

**Validation de la conformité de l'échantillon (Signatures)**

Laboratoire	Témoin indépendant	Expert	Autre
<i>[Signature]</i>	<i>[Signature]</i>		<i>[Signature]</i>

1

<b>a f l d</b> Département des analyses	<b>ENREGISTREMENT</b>	Codification : E-CE-01 Version : E Date : 21/03/2007 2/2
<b>FORMULAIRE DE TRAITEMENT DE L'ECHANTILLON LORS D'UNE ANALYSE DE CONTROLE</b>		

**Ouverture du scellé :**

Date : 7.10.2007 Heure : 11 h...45 Opérateur : .....26.....

Localisation : salle n° 004 :

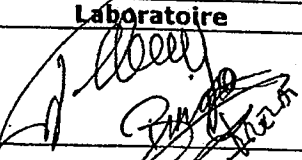
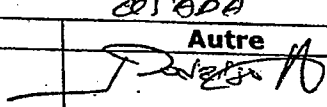
N° du flacon : .....A.825423.....

Volume : 3.5 mL

(si le milieu est congelé attendre sa décongélation pour mesurer le volume)

COPIE CERTIFIÉE  
CONFORME DES DONNÉES  
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

**Validation de l'ouverture du scellé (Signatures) :**

Laboratoire	Témoin indépendant	Expert	Autre
			

**Remise sous scellé :**

Oui

Non

Date : ...../...../..... Heure : ..... h..... Opérateur : .....

Système : Versapak  Berlinger  Autre

N° de flacon : ..... N° de scellé : .....

Volume restant : .....

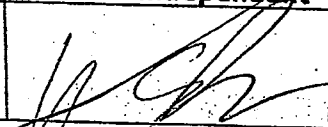
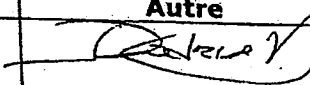
Lieu de stockage Chambre froide  Congélateur  n°.....

Conditions de stockage -80°C  -20°C  +4°C

**Stockage de la remis sous scellé**

Date : ...../...../..... Heure : ..... h..... Opérateur : .....

**Validation de la remise sous scellé (Signatures) :**

Laboratoire	Témoin indépendant	Expert	Autre
			

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier analytique de la contre expertise.

<b>a f l d</b> Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-05 A
		Version : C
		Date : 17/10/2006
		1/1
<b>TRACABILITE DES FLACONS A ET B</b>		

N° de Série :

**Réception et Stockage avant enregistrement (si nécessaire):**

Réception par	Date et Heure	Stockage	Heure

**Stockage après enregistrement :**

Flacons	Entreposés par	Date et Heure	Lieu

**Chaîne de possession des flacons A:**

**Echantillon A 825423**

Date	Code opérateur	Localisation	Raison du transfert
16/04/2007 09h30	49/10	CH-FR.5 (-20°C)	Déstockage pour renumérotation
16/04/2007		CH-FR.1 (+4°C)	Stockage après nouvelle numérotation
17/04/2007 11h25	01	Salle 004 (ambiant)	Déstockage pour tirage au sort n°2
17/04/2007 11h45	26	Salle 004 (ambiant)	Ouverture des scellés
17/04/2007 11h55	26	Salle 004 (ambiant)	Mise en tube pour confirmation IRMS (EC31)

**Chaîne de possession des flacons B:**

**Echantillon**

Date	Code opérateur	Localisation	Raison du transfert

Cet enregistrement est à conserver dans le dossier de la série s'il n'y a pas de positif ou dans le dossier positif.

3

<b>a f l d</b> Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-05B
		Version : C
		Date : 17/10/2006
		1/1
<b>TRACABILITE DES ALIQUOTES A ET B</b>		

N° de Série :

Chaîne de possession des aliquotes A:

Echantillon A 825423

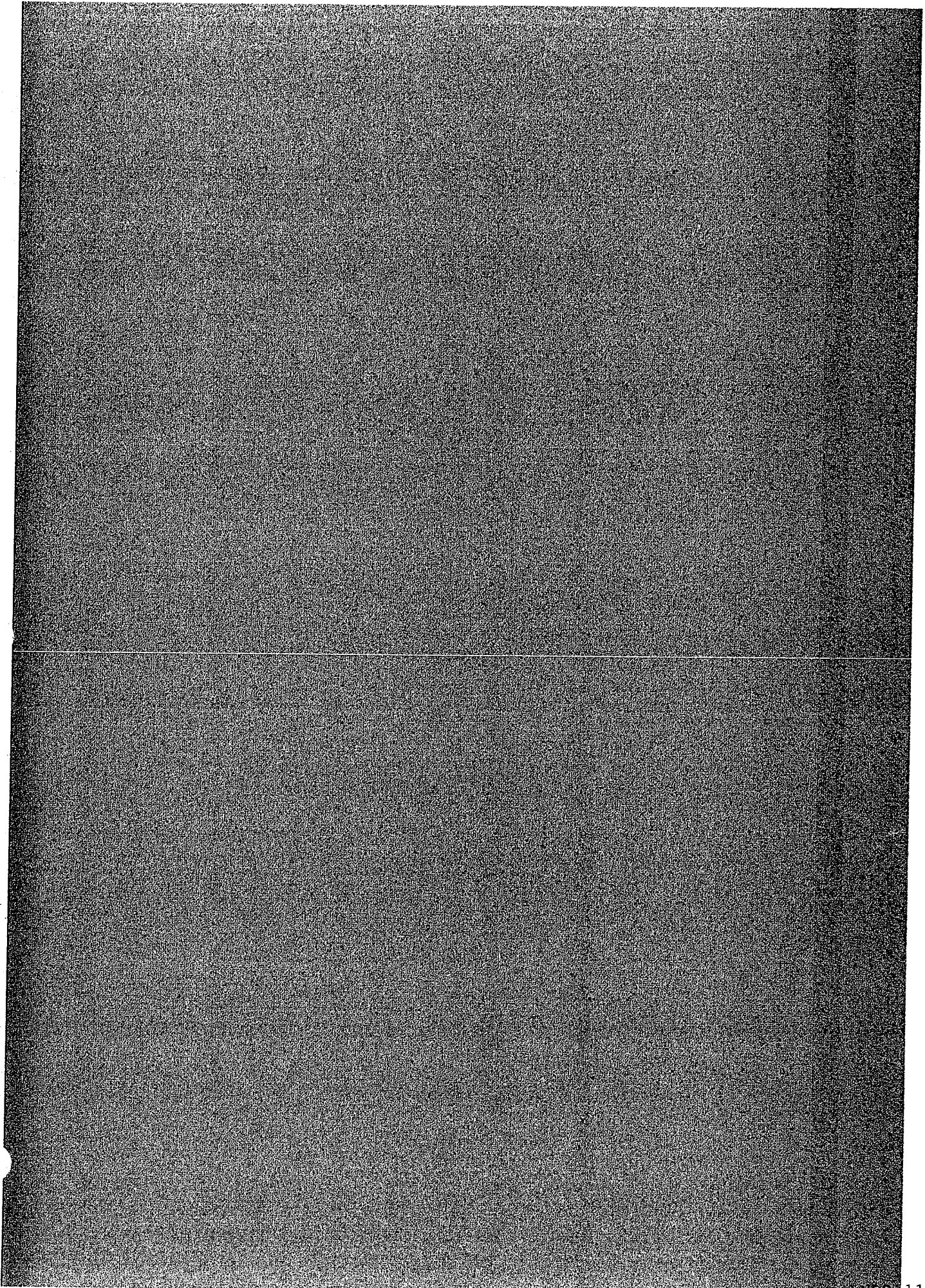
Date	Aliquote(s)	Code opérateur	Etape	Remarques
17/04/2007 12h20	Aliquote EC31	26	Préparation jusqu'à acétylation	Confirmation IRMS(EC31)
18/04/2007 9h10	Aliquote EC31	26	Fin de préparation	
18/04/2007 15h15	Aliquote EC31 (3 fractions)	26	Analyse GC/MS sur MSD22	
18/04/2007 18h00	Aliquote EC31 (3 fractions)	26	Reprise pour analyses IRMS	
18/04/2007 19h30	Aliquote EC31 (3 fractions)	26	Analyse GC/C/IRMS sur ISOPRIME 2	<b>Absence d'appauvrissement isotopique significatif</b>

Chaîne de possession des aliquotes B:

Echantillon

Date	Aliquote(s)	Code opérateur	Etape	Remarques

Cet enregistrement est à conserver dans le dossier de la série s'il n'y a pas de positif ou dans le dossier positif.





LNDD	ENREGISTREMENT	Code : E-RECAP-01 Version : J Date : 09/06/2006
<b>FICHE RECAPITULATIVE DES ANALYSES PRESENTEES</b>		
<b>ECHANTILLON</b>		
N° de laboratoire :	<input type="text"/>	N° échantillon : <b>A 825423</b>
Produit(s) confirmé(s) :	<b>Analyse Zidovudine 500mg</b>	
pH mesuré en conf :	<b>6.1</b>	Densité affichée en conf : <b>1.019</b>
		Réfractomètre n° : <b>2</b>
		* Densité corrigée : <b>1.021</b>
<b>CONFIRMATION QUALITATIVE</b>		
Essai n° :	<b>EC 31</b>	
Mode opératoire de préparation :	<b>M-EX- 24</b>	Version : <b>C</b>
Mode opératoire d'analyse :	<b>M-AN- 52/41</b>	Version : <b>A1B</b>
CG/SM (SCAN) <input checked="" type="checkbox"/>	CG/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CG/SM2 <input type="checkbox"/>
CG/SM3 <input type="checkbox"/>	CL/SM <input type="checkbox"/>	CL/SM2 <input type="checkbox"/>
CL/SM3 <input type="checkbox"/>	CL/UV <input type="checkbox"/>	IMM <input type="checkbox"/>
EPO <input type="checkbox"/>	CG/C/IRMS <input checked="" type="checkbox"/>	Cytométrie <input type="checkbox"/>
<b>CONFIRMATION SEMI QUANTITATIVE</b>		
Essai n° :	<b>EC</b>	
Mode opératoire de préparation :	<b>M-EX-</b>	Version : <input type="text"/>
Mode opératoire d'analyse :	<b>M-AN-</b>	Version : <input type="text"/>
CG/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CG/SM (SCAN) <input type="checkbox"/>	
CL/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CL/SM2 <input type="checkbox"/>	CL/SM3 <input type="checkbox"/>
CL/UV <input type="checkbox"/>	Concentration estimée: <input type="text"/>	
* Concentration corrigée : <input type="text"/>		
<b>CONFIRMATION QUANTITATIVE</b>		
Essai n° :	<input type="text"/>	
Mode opératoire de préparation :	<input type="text"/>	Version : <input type="text"/>
Mode opératoire d'analyse :	<b>M-AN-</b>	Version : <input type="text"/>
CG/TSD <input type="checkbox"/>	CG/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CG/SM (SCAN) <input type="checkbox"/>
IMM <input type="checkbox"/>	Concentration mesurée: <input type="text"/>	
* Seuil corrigé : <input type="text"/>		
<b>DEPISTAGE RAPIDE</b>		
ES02 -BBS (CG-SM) <input type="checkbox"/>	ES08 -HES (CG/SM) <input type="checkbox"/>	ES06 - IMM <input type="checkbox"/>
ES02C -EPH (CG/SM) <input type="checkbox"/>	ES08B -PS <input type="checkbox"/>	ES07 -EPO <input type="checkbox"/>
ES03 -CD (CL/SM) <input type="checkbox"/>	ES03B -LCH (CL/SM/SM) <input type="checkbox"/>	ESS01 - HBOCs <input type="checkbox"/>
ES04 -H (CG/SM) <input type="checkbox"/>	ES05 -MS2 (CG/SM/SM) <input type="checkbox"/>	ESS02 - TS <input type="checkbox"/>
ES03C -LCH (CL/SM) <input type="checkbox"/>		
Code opérateur de l'analyste : <b>B</b>	Code opérateur du responsable : <b>10</b>	
Date et paraphe : <b>19/4/07</b>	Date et paraphe : <b>19/04/07</b>	
Hors portée d'accréditation : <input type="checkbox"/>	<i>[Signature]</i>	
Raison ou numéro d'écart de la déclaration en hors portée: <input type="text"/>	<b>5</b>	

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de confirmation

\* à remplir par le responsable

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-CONF-31 Version : D Date : 17/01/2006 1 / 2
CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Appareil utilisable : ISOPRIME MICROMASS - GV INSTRUMENT

Mode opératoire d'extraction : M-EX-24

Mode opératoire de préparation du Mix Acétate: M-EXMix-05

Mode opératoire d'analyse:  
 - GC/MS: M-AN-52  
 - GC/C/IRMS: M-AN-41

L'analyse CG/MS doit être effectuée avant l'analyse GC/C/IRMS

Mode opératoire de dépouillement : - GC/MS: M-RDP-05  
 - GC/C/IRMS: M-DP-31

Dépouiller l'analyse GC/MS avant d'effectuer l'analyse GC/C/IRMS

Traiter simultanément :  
 un blanc urinaire  
 un aliquot échantillon

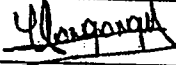
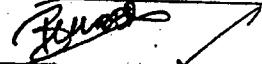
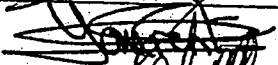

APPLICABLE le

19 JAN. 2006

CONFIDENTIEL

ASSURANCE QUALITÉ  
LNDD

<b>LNDD</b>	<b>INSTRUCTION</b>	Codification : I-CONF-31 Version : D Date : 17/01/2006 2 / 2
<b>CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	13/01/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	16/01/2006	
vérifié par	Aurélie LAURENT	17/01/2006	
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	17/01/2006	

<b>EVOLUTIONS</b>
-------------------

N° Version	Motif	Date
I	Création du document.	03/06/2002
A	Acceptation du projet passage en version A	31/10/2002
B	Révision biennale	24/01/2005
C	Ajout d'une extraction sur Gilson	28/10/2005
D	Ajout de la préparation du mix acétate (M-EXMIX-05). Ajout de M-RDP-05.	17/01/2006

**CONFIDENTIEL**

<b>LNDD</b>	<b>MODE OPÉRATOIRE</b>	Codification : M-EX -24 Version : C Date : 17/01/2006 1 / 4
<b>METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

*Documents utilisés : E-TE-03C, I-VOL-01, I-EX-06, I-EX-07, I-EX-08 et I-TRAC-03C*

Remplir la fiche de préparation - confirmation / contre expertise en CPG/C/SMRI E-TE-03C

**Opérations**

**Matériel**

**Réactifs et produits**

Prise d'essai selon I-VOL-01  
8 ml maximum par tube

Tubes Kimble 16x100 mm  
Pipette Biohit 1-5ml  
Cônes Biohit

Centrifugation 5 minutes

Centrifugeuse 4000 tr/min

Transvaser le surnageant dans tube  
préalablement identifiés  
(cf I-TRAC-03C)

Tubes Kimble 16x100 mm  
Pipette Pasteur

Extraire sur SPE Rapid Trace  
selon I-EX-06

Cartouches Bond Elut C18 500mg  
Tubes Kimbles 16x100 mm

Evaporation à sec

Bain à sec à 60°C

Ajouter 1.5 ml de tampon phosphate  
pH = 6.5

Dispensette

Agiter jusqu'à dissolution complète

Vortex

Ajouter 2 gouttes de  
β-glucuronidase

Compte goutte

Boucher et agiter 1 seconde

Bouchons Zymarck  
Vortex

Hydrolyser 1h00 à 55°C

Etuve

Centrifugation 5 minutes

Centrifugeuse 4000 tr/min

Transvaser le surnageant dans  
tubes préalablement identifiés  
(cf I-TRAC-03C)

Tubes Kimble 16x100 mm  
Pipette Pasteur

Extraire sur SPE Rapid Trace  
selon I-EX-07

Cartouches Bond Elut C18 200mg  
Tubes Kimble 13x100 mm

Evaporation à sec

Bain à sec à 60°C

APPLICABLE le  
19 JAN. 2006

CONFIDENTIEL

ASSURANCE QUALITÉ  
LNDD

Azote

Tampon Phosphate pH = 6.5  
Chambre froide à +4°C (cf M-P-05)

β-glucuronidase  
Chambre froide à +4°C

Azote

8

<b>LNDD</b>	<b>MODE OPÉRATOIRE</b>	Codification : M-EX -24 Version : C Date :17/01/2006 2 / 4
<b>METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

Opérations

Dissoudre et réunir dans un tube les extraits du même échantillon :  
Mettre de côté un tube sec  
Ajouter 500 µl d'acétonitrile dans les autres tubes et agiter 10s avant de les transvaser dans le tube sec

Rincer les tubes transvasés avec 500µl d'acétonitrile

Evaporation à sec

Ajouter 50 µl de pyridine  
Ajouter 50 µl d'anhydride acétique

Reprendre par rotation légère du tube en position quasi horizontale  
Agiter 5 secondes et boucher

Dériver le tube bien fermé 1h00 à 60°C ou laisser une nuit à température ambiante

Evaporation à sec

Ajouter 1 ml d'acétonitrile  
Agiter 10 secondes  
Ajouter 1 ml d'eau ultrapure  
Agiter 10 secondes

Extraire sur SPE Rapid Trace selon I-EX-08

Evaporation à sec des fractions  
F1 (environ 2h00)  
F2 (environ 1h30)  
F3 (environ 45min)

Matériel

Pipettman de 1 ml  
Pipette pasteur  
Vortex

Pipettman de 1 ml  
Pipette pasteur

Bain à sec à 60°C

Pipettman de 50 µl - Cônes Greiner  
Vortex

Vortex

Bain à sec à 60°C  
ou  
Portoir à tubes sous hotte

Bain à sec à 60°C

Pipette Biohit 1-5 ml  
Cônes Biohit  
Vortex

Cartouches Baker C18 500 mg  
Tubes kimble 13x100 mm

Bain à sec à 80°C

Réactifs et produits

Acétonitrile

Acétonitrile

Azote

Pyridine desséchée  
Anhydride acétique > 99%

Azote

Acétonitrile  
Eau ultrapure

Azote

**CONFIDENTIEL**

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EX -24 Version : C Date :17/01/2006 3 / 4
<b>METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

### Traitement des fractions F1, F2 et F3

#### Opérations

#### Matériel

#### Réactifs et produits

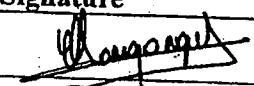
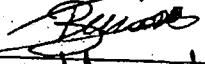

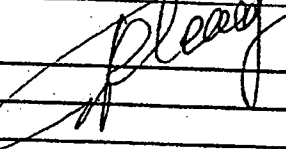
Ajouter le SI selon I-VOL-01	Seringue Hamilton de 50 µl ou de 100 µl selon le volume ajouté	Androstanol acétate H67 200 ng/µl
Ajouter 200 µl d'acétonitrile	Pipettman réglable de 200 µl Cônes Greiner	Acétonitrile
Reprendre par rotation légère du tube en position quasi horizontale		
Centrifugation 5 minutes	Centrifugeuse 4000 tr/min	
Transférer dans les vials préalablement identifiés selon I-TRAC-03C	Vials en verre avec insert 300 µl ou vials en verre de 1.5ml selon le volume	
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Reprendre dans de l'hexane selon I-VOL-01	Pipettman réglable de 200 µl ou 1ml	Hexane
Sertir et Agiter 10 secondes	Capsules à sertir - Vortex	

**CONFIDENTIEL**

#### Après analyse GC/MS :

Réajustement du SI si nécessaire (Cf. I-VOL-01) Agiter 10 secondes	Seringue Hamilton de 50 µl ou de 100 µl selon le volume ajouté	Androstanol acétate H67 0.2mg/ml
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Reprendre dans de l'hexane (Cf I-VOL-01)	Pipettman réglable de 200 µl ou 1ml	Hexane
Sertir et Agiter 10 secondes	Capsules à sertir - Vortex	

<b>LNDD</b>	<b>MODE OPÉRATOIRE</b>	Codification : M-EX -24 Version : C Date :17/01/2006 <div style="text-align: right;">4 / 4</div>
<b>METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES          METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	16/01/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	16/01/2006	
vérifié par	Aurélien LAURENT	17/01/2006	
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	17/01/2006	

**EVOLUTIONS**

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	
2		03/06/2002
	Modification des quantités de SI et d'ACN, ajout d'une remarque sur l'importance de la rotation des tubes	14/10/2002
A	A -->Passage de projet en document validé : modification temps/température acétylation	04/02/2004
B	changement de cartouche pour la première extraction addition d'une nouvelle fraction d'analyse réunion des aliquots d'un même échantillon avant dérivation l'évaporation des phases organiques se fait maintenant sous azote (E-INFO du 10/05/04)	16/07/2004
C	changement de cartouche pour la première extraction addition d'une nouvelle fraction d'analyse réunion des aliquots d'un même échantillon avant dérivation l'évaporation des phases organiques se fait maintenant sous azote (E-INFO du 10/05/04) changement SE en SI et ajout analyse GC/MS avant GC/C/IRMS	17/01/2006

**CONFIDENTIEL**

11

<b>LNDD</b>	<b>INSTRUCTION</b>	Codification : I-EX -06 Version : C Date : 06/02/2006 1 / 3
<b>PREMIERE EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

Application :	Irms0.spe
Durée d'extraction pour un tube:	13.30min
Tube utilisé:	Kimble 16x100mm
Type de cartouche utilisée:	Bond Elut C18 Varian 500mg/3ml

*Documents utilisés: I-M-02, I-N-02*

**CONFIDENTIEL**

**1. DISPOSITION DES SOLVANTS :**

ASSURANCE QUALITÉ  
LNDD

- Voie 1 : Méthanol
- Voie 2 : Eau ultrapure
- Voie 3 : Acétonitrile
- Voie 4 : Rien
- Voie 5 : Rien
- Voie 6 : Rien
- Voie 7 : Rien
- Voie 8 : Rien

Les voies 4, 5, 6, 7 et 8 restent à l'air libre

**2. LANCEMENT DE L'EXTRACTION :**

Effectuer les puges eau, air et/ou solvant. Voir I-M-02.

Positionner à droite les tubes à extraire et à gauche les tubes de recueil et placer les cartouches .

L'ordre de passage est le suivant:

- Blanc urinaire 1
- Echantillon 1
- Blanc urinaire 2
- Echantillon 2
- ...

Pour lancer l'extraction, voir I-N-02.



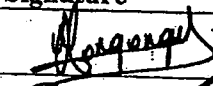

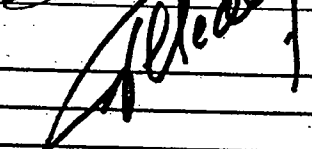
<b>LNDD</b>	<b>INSTRUCTION</b>	Codification : I-EX -06 Version : C Date : 06/02/2006 2 / 3
<b>PREMIERE EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

**3. DESCRIPTION DES PRINCIPALES ETAPES DE L'EXTRACTION :**

Etape	Source	Recueil	Volume (ml)	Débit (ml/min)
Conditionnement colonne	Méthanol	Poubelle	3	10
Conditionnement colonne	Eau ultrapure	Poubelle	3	10
Chargement échantillon	Echantillon	Poubelle	8.5	4
Lavage	Eau ultrapure	Poubelle	4	10
Séchage	1 minute			
<b>Elution</b>	<b>Méthanol</b>	<b>Fraction 1</b>	<b>6</b>	<b>2</b>
Rinçage canule	Eau ultrapure	Canule	2	20
Rinçage canule	Méthanol	Canule	2	20

**CONFIDENTIEL**

<b>LNDD</b>	<b>INSTRUCTION</b>	Codification : I-EX -06 Version : C Date : 06/02/2006 3 / 3
<b>PREMIERE EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	06/02/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	06/02/2006	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	06/02/2006	

<b>EVOLUTIONS</b>
-------------------

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	30/04/2002
A	Acceptation du projet passage en version A	24/10/2002
B	Révision biennale changement de cartouche d'extraction et des volumes de lavage et d'élution.	31/08/2004
C	Révision biennale changement de cartouche d'extraction et des volumes de lavage et d'élution homogénéisation titre , ajout I-M-02 et I-N-02	06/02/2006

**CONFIDENTIEL**

<b>LNDD</b>	<b>INSTRUCTION</b>	Codification : I-EX -07 Version : D Date : 06/02/2006 1 / 3
<b>DEUXIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE          L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

Application :	Irms1te.spe
Durée d'extraction par tube :	16.30 min
Tube utilisé de recueil utilisé :	Kimble 13x100 mm
Type de cartouche utilisée :	Bond Elut C <sub>18</sub> Varian - 200 mg / 3 ml

*Documents utilisés : I-M-02, I-N-02*

ASSURANCE QUALITÉ  
LNDD

**1. DISPOSITION DES SOLVANTS :**

- Voie 1 : Méthanol
- Voie 2 : Eau ultrapure
- Voie 3 : Acétonitrile
- Voie 4 : Rien
- Voie 5 : Rien
- Voie 6 : Rien
- Voie 7 : Rien
- Voie 8 : Rien

**CONFIDENTIEL**

Les voies 4, 5, 6, 7 et 8 restent à l'air libre.

**2. LANCEMENT DE L'EXTRACTION :**

Effectuer les purges eau, air et solvant si nécessaire. Voir I-M-02.

Positionner à droite les tubes à extraire et disposer au niveau des recueils les tubes 13x100mm insérés dans les tubes 16x100mm.

L'ordre de passage est le suivant :

- Blanc urinaire 1 tube 1
- Blanc urinaire 1 tube 2
- Blanc urinaire 1 ....
- Echantillon 1 tube 1
- Echantillon 1 tube 2
- Echantillon 1 ....
- Blanc urinaire 2 tube 1
- Blanc urinaire 2 tube 2
- Blanc urinaire 2 ....

<b>LNDD</b>	<b>INSTRUCTION</b>	Codification : I-EX -07 Version : D Date : 06/02/2006 2 / 3
<b>DEUXIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

Echantillon 2 tube 1  
 Echantillon 2 tube 2  
 Echantillon 2 ....

Placer les cartouches et lancer l'extraction selon I-N-02.

**3. DESCRIPTION DES PRINCIPALES ETAPES DE L'EXTRACTION :** **CONFIDENTIEL**

Etape	Source	Recueil	Volume (ml)	Débit (ml/min)
Conditionnement colonne	Méthanol	Poubelle	4	10
Conditionnement colonne	Eau ultrapure	Poubelle	4	10
Chargement échantillon	Echantillon	Poubelle	2	4
Préparation du mélange 20%	Acétonitrile / Eau ultrapure	Mixer	0.8 / 3.2	30
Lavage	Acétonitrile / Eau ultrapure 20/80	Poubelle	4	2
Préparation du mélange 30%	Acétonitrile / Eau ultrapure	Mixer	0.6 / 1.4	30
Lavage	Acétonitrile / Eau ultrapure 30/70	Poubelle	2	2
Séchage		1 minute		
Elution	Acétonitrile	Fraction 1	4	2
Rinçage canule	Eau ultrapure	Canule	4	20
Rinçage canule	Méthanol	Canule	4	20

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -07 Version : D Date : 06/02/2006 3 / 3
<b>DEUXIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	06/02/2006	<i>Mongongu</i>
vérifié par	Corinne BUISSON	06/02/2006	<i>Buisson</i>
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	06/02/2006	<i>Decearriz</i>

<b>EVOLUTIONS</b>
-------------------

N° Version	Motif	Date
I	Création du document.	30/04/2002
A	Acceptation du projet passage en version A	24/10/2002
B	Révision biennale changement des volumes de lavage et d'élution	31/08/2004
C	Réajustement de l'extraction	22/04/2005
D	Réajustement de l'extraction D:homogénéisation du titre, ajout I-M-02 et I-N-02	06/02/2006

**CONFIDENTIEL**

17

<b>LNDD</b>	<b>INSTRUCTION</b>	Codification : I-EX -08 Version : C Date : 08/09/2005 1 / 3
<b>TROISIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

Application :	irms2te.spe
Durée d'extraction pour un tube :	41,3 min
Tube utilisé :	Kimble 13x100 mm
Type de cartouche utilisée :	Baker C <sub>18</sub>
Volume de la cartouche :	500 mg / 3 ml

ASSURANCE QUALITÉ  
LNDD

APPLICABLE le  
08 SEP. 2005

**CONFIDENTIEL**

### 1 - DISPOSITION DES SOLVANTS :

- Voie 1 : Méthanol
- Voie 2 : H<sub>2</sub>O (ultrapure)
- Voie 3 : Acétonitrile
- Voie 4 : Rien
- Voie 5 : Rien
- Voie 6 : Rien
- Voie 7 : Rien
- Voie 8 : Rien

Les voies 4, 5, 6, 7 et 8 restent à l'air libre.

### 2 - LANCEMENT DE LA SEQUENCE D'ANALYSE :

Effectuer les purges eau, air et solvant si nécessaire (cf I-M-02)  
Lancer l'extraction selon I-N-02

Positionner à droite les tubes à extraire et à gauche les tubes éluats.

Utiliser le gros rack, disposer au niveau des recueils les tubes 13x100 mm insérés dans des tubes 16x100 mm et placer les échantillons dans l'ordre suivant :

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -08
		Version : C Date : 08/09/2005 2 / 3
<b>TROISIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

Tubes des échantillons	Tubes des recueils
Blanc urinaire 1	Blanc urinaire 1 fraction F1 (métabolites de la cortisone et du cortisol)
Espace libre	Blanc urinaire 1 fraction F2 (Keto)
Espace libre	Blanc urinaire 1 fraction F3 (Diol)
Echantillon 1	Echantillon 1 fraction F1 (métabolites de la cortisone et du cortisol)
Espace libre	Echantillon 1 Fraction F2 (Kéto)
Espace libre	Echantillon 1 Fraction F3 (Diol)
...	...

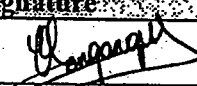
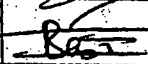
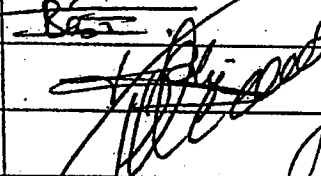
Placer les cartouches en laissant deux intervalles de libre entre chaque cartouche et cliquer ensuite sur RUN MONITOR puis sur RUN du module choisi.

**CONFIDENTIEL**

### 3 - EXTRACTION SUR CARTOUCHE :

Etape	Solvant	Recueil	Volume (ml)	Débit (ml/min)
Conditionnement colonne	MeOH	Poubelle	5	10
Conditionnement colonne	H <sub>2</sub> O	Poubelle	5	10
Chargement échantillon	Reprise CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O 50/50	Poubelle	2,5	4
Préparation mélange 30 %	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O	Mixer	1,8 / 4,2	30
Lavage	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O 30/70	Poubelle	6	2
Préparation mélange 40 %	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O	Mixer	2,4 / 3,6	30
Lavage	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O 40/60	Poubelle	6	2
Préparation mélange 50 %	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O	Mixer	3 / 3	30
Elution F1	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O 50/50	Fraction 1	6	2
Préparation mélange 50 %	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O	Mixer	1 / 1	30
Elution F1	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O 50/50	Fraction 1	2	2
Préparation mélange 75 %	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O	Mixer	4,5 / 1,5	30
Elution F2	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O 75/25	Fraction 2	6	2
Préparation mélange 75 %	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O	Mixer	2,4 / 0,8	30
Lavage	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O 75/25	Poubelle	3,2	2
Elution F3	CH <sub>3</sub> CN	Fraction 3	4	2
Rinçage canule	H <sub>2</sub> O	Canule	2	30
Lavage	MeOH	Poubelle	2	30

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -08 Version : C Date : 08/09/2005 3 / 3
<b>TROISIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE          L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	08/09/2005	
vérifié par	Caroline BASTIEN	08/09/2005	
vérifié par	Adeline MOLINA	08/09/2005	
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	08/09/2005	

**EVOLUTIONS**

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	30/04/2002
A	Acceptation du projet passage en version A	02/10/2002
B	Révision biennale analyse d'une troisième fraction	31/08/2004
C	Elimination d'une interférence dans la fraction F1 - Changement titre pour homogénéisation	08/09/2005

**CONFIDENTIEL**

20





LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-03C Version : G Date : 17/01/2006 2/4
<b>FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS</b>		

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Evaporation	17/1/17	18h40	17h50	Bain à sec (BSE) : S21	Def
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR 1	
Acétylation	17/1/17	19h55		DLU* Anhydride acétique : 9.11.07	Def
	18/1/17		9h20	DLU* Pyridine : 22/2007 Bain à sec (BSE) : ou Température ambiante	
Evaporation	18/1/17	9h20	9h25	Bain à sec (BSE) : 321	Def
Troisième extraction	18/1/17	9h30		Rapid Trace : 125075	Def
	18/1/17		11h00		
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR 1	
Evaporation	18/1/17	11h55	11h00	Bain à sec (BSE) : 114	Def
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR 1	
Ajout SI,	18/1/17	11h05		Code du SI (0,2mg/mL) : H67- 0006	Def
Mise en vial	18/1/17		11h15		
Evaporation	18/1/17	11h18		Bain à sec (BSE) : S21	Def
	18/1/17		11h25		
Stockage à +4°C				Lieu : CH-FR 1	

Analyse par CG/MS

	Fraction F1	Fraction F2	Fraction F3
Volume SI (µl)	2	20	2
Volume hexane (µl)	100	400	100

22



LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-03C Version : G Date : 17/01/2006 4/4
<b>FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS</b>		

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Reprise par Hexane	18/14/17	18h18			Reaf
Injection GC/C/IRMS	18/14/17	18h20		ISOPRIME 2	Reaf

Autres opérations (concentration, dilution, réinjection...)

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe

Ecart n° :

*Cet enregistrement est à mettre dans le dossier de confirmation de l'échantillon*

24

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EXMIX-05 Version : B Date :09/05/2006 1 / 2
<b>METHODE DE PREPARATION DU MIX ACETATE ET DU MIX CAL ACETATE</b>		

**1. Préparation du Mix Acétate pour la GC/MS:**

<u>Opérations</u>	<u>Matériel</u>	<u>Réactif et produits</u>
Prélever 100 µl de la solution Mix Acétate et transférer dans un vial à insert	Vials en verre avec insert 300µl	Solution Mix Acétate (CH-Fr.1)
Evaporer à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Reprendre dans 100 µl d'hexane	Pipettman réglage de 100 µl Cônes Greiner	Hexane
Sertir Agiter au vortex	Capsules à sertir Vortex	

**CONFIDENTIEL**

**2. Préparation du Mix Cal Acétate pour la GC/C/IRMS:**

<u>Opérations</u>	<u>Matériel</u>	<u>Réactif et produits</u>
Prélever 50 µl de la solution Mix Cal Acétate et transférer dans un vial à insert	Vials en verre avec insert 300µl	Solution Mix Cal Acétate (CH-Fr.1)
Evaporer à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Reprendre dans 50 µl d'hexane	Pipettman réglable de 100 µl Cônes Greiner	Hexane
Sertir Agiter au vortex	Capsules à sertir Vortex	


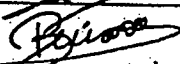
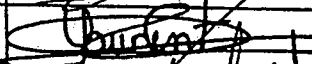
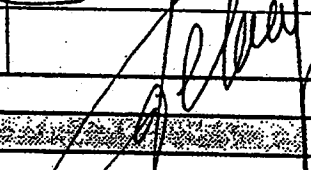
APPROUVÉ le

15 MAI 2006

ASSURANCE QUALITÉ  
LNDD

25

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EXMIX-05
		Version : B Date :09/05/2006 2 / 2
<b>METHODE DE PREPARATION DU MIX ACETATE ET DU MIX CAL ACETATE</b>		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	09/05/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	09/05/2006	
vérifié par	Aurélie LAURENT	09/05/2006	
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	09/05/2006	

**EVOLUTIONS**

N° Version	Motif	Date
A	Création du document.	17/01/2006
B	ajout du mix cal acétate	09/05/2006

**CONFIDENTIEL**

26



<b>LNDD</b>	<b>MODE OPÉRATOIRE</b>	Codification : M-AN-52 Version : A Date :28/10/2005 1 / 2
<b>ANALYSE GC/MS - CONFIRMATION QUALITATIVE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE ET DE SES PRECURSEURS</b>		

**COLONNE**

Type:	DB17-MS JW Scien 122.4732
Longueur:	30m
Diamètre interne:	0.25mm
Epaisseur du film:	0.25µm

**INJECTION**

Mode:	Splitless (insert splitless)
Température injecteur:	280°C
Volume injecté:	1µl
Solvants de rinçage ALS:	Solvant A: Acétonitrile Solvant B: Hexane

**CONFIDENTIEL**

ASSURANCE QUALITÉ  
LNDD

**CONDITIONS GC:**

Température initiale:	70°C pendant 1 min
Gradient de température:	70→270°C à 30°C/min 270°C pendant 12 min 270→300°C à 10°C/min
Température finale:	300°C pendant 3 min
Temps d'analyse:	25.67 min
Temps d'équilibrage de la colonne:	0.5 min
Pression constante:	Ajuster le SI à 10.7 min (+/-0.5min)
Température de la ligne de transfert	300°C

APPLICABLE le

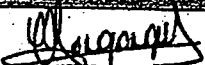
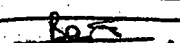

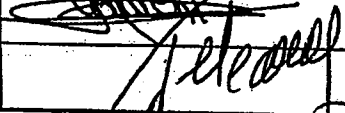
28 OCT. 2005

**CONDITIONS SM:**

Solvent delay:	9 min
Température quad:	150°C
Température Source:	230°C
Fichier tune:	Autotune
Mode d'acquisition:	Full scan 50-550 uma



LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN-52 Version : A Date :28/10/2005 2/2
<b>ANALYSE GC/MS - CONFIRMATION QUALITATIVE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE ET DE SES PRECURSEURS</b>		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	28/10/2005	
vérifié par	Caroline BASTIEN	28/10/2005	
vérifié par	Aurélie LAURENT	28/10/2005	
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	28/10/2005	

**EVOLUTIONS**

N° Version	Motif	Date
A	Création du document.	28/10/2005

**CONFIDENTIEL**

28

Sequence Name: C:\MSDCHEM\1\sequence\2007\Avril07\1804.S

Comment:

Operator: 26

Data Path: D:\MSD22\2007\AVRIL07\1804\

Top Pre-Seq Cmd:  
Instrument Control Pre-Seq Cmd:  
Data Analysis Pre-Seq Cmd:

Top Post-Seq Cmd:  
Instrument Control Post-Seq Cmd:  
Data Analysis Post-Seq Cmd:

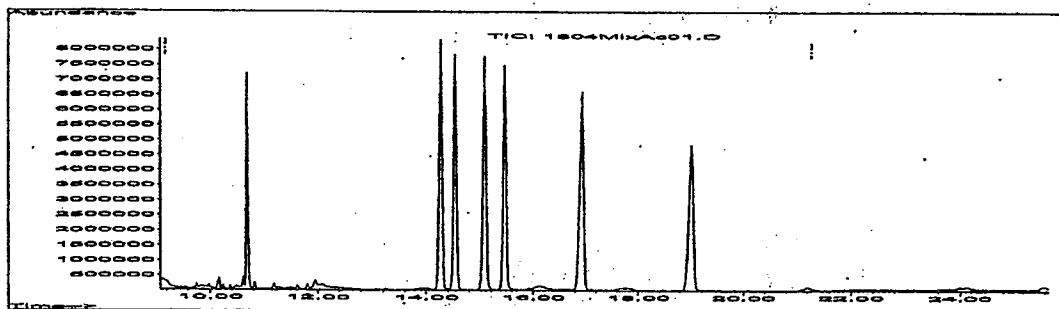
Method Sections To Run On A Barcode Mismatch  
 Full Method  Inject Anyway  
 Reprocessing Only  Don't Inject

Line		Sample Name/Misc Info		
1)	Calibration	1		
	Datafile		1804MixAc01	
	Method		MAN_52	
2)	Calibration	2		
	Datafile		1804MixAc02	
	Method		MAN_52	
3)	Blank	3	Blu1F3	MAN_52 Blu 1 F3
4)	Sample	4	423f3	MAN_52 A 825423 F3
5)	Blank	5	Blu1F2	MAN_52 Blu 1 F2
6)	Sample	6	423f2	MAN_52 A 825423 F2
7)	Blank	7	Blu1F1	MAN_52 Blu 1 F1
8)	Sample	8	423f1	MAN_52 A 825423 F1
9)	Blank	9	Blu2F3	MAN_52 Blu 2 F3
10)	Sample	10	426f3	MAN_52 A 825426 F3
11)	Blank	11	Blu2F2	MAN_52 Blu 2 F2
12)	Sample	12	426f2	MAN_52 A 825426 F2
13)	Blank	13	Blu2F1	MAN_52 Blu 2 F1
14)	Sample	14	426f1	MAN_52 A 825426 F1

Séquence vérifiée par : ...*26*.....

Remarques : .....

Data File Name 1804MixAc01.D  
 Data File Path D:\MsD22\2007\Avril\07\1804\  
 Operator 26  
 Date Acquired 4/18/2007 10:23  
 Acq. Method File MAN\_52.M  
 Sample Name Mix Ac 50  
 Vial Number 1  
 Misc Info Mix Acétate 002 50hg injecté



**Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)**

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.67		258	7,225,268
Etiocholanolone AC	14.29	1.339	272	13,952,405
Androsterone AC	14.55	1.364	272	22,700,310
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.11	1.416	256	14,013,359
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.48	1.450	316	17,354,583
11 KetoEtiocholanolone AC	16.97	1.590	271	18,284,831
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	19.03	1.783	284	16,595,726

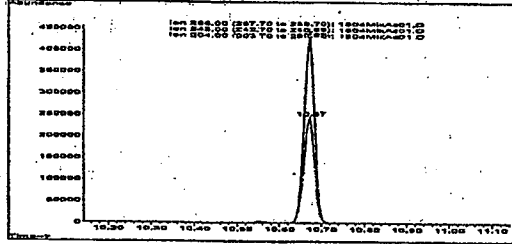
**M2 signal**

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	7,774,324	107.6
Etiocholanolone AC	257	9,126,593	65.4
Androsterone AC	257	10,079,996	44.4
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	11,978,668	85.5
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	11,119,314	64.1
11 KetoEtiocholanolone AC	191	16,072,469	87.9
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	9,678,602	58.3

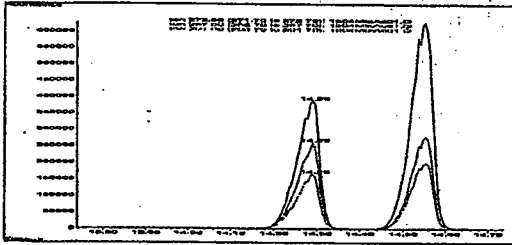
**M3 signal**

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	4,253,122	58.9
Etiocholanolone AC	201	5,951,814	42.7
Androsterone AC	218	7,268,034	32.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	11,098,501	79.2
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	9,137,287	52.7
11 KetoEtiocholanolone AC	286	10,598,234	58.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	4,282,278	25.8

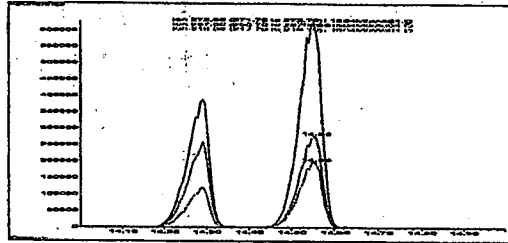
5a Androstanol AC



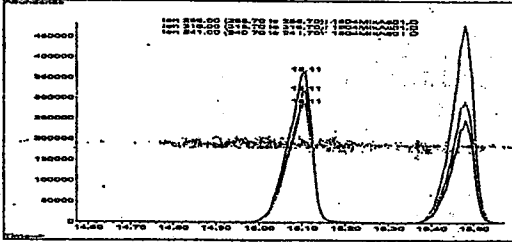
Etiocholanolone AC



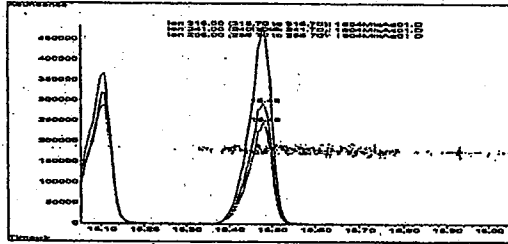
Androsterone AC



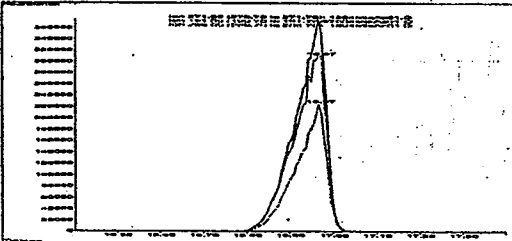
5b Androstan 3a 17b diol diAC



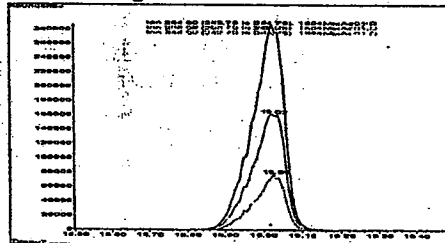
5a Androstan 3a 17b diol diAC



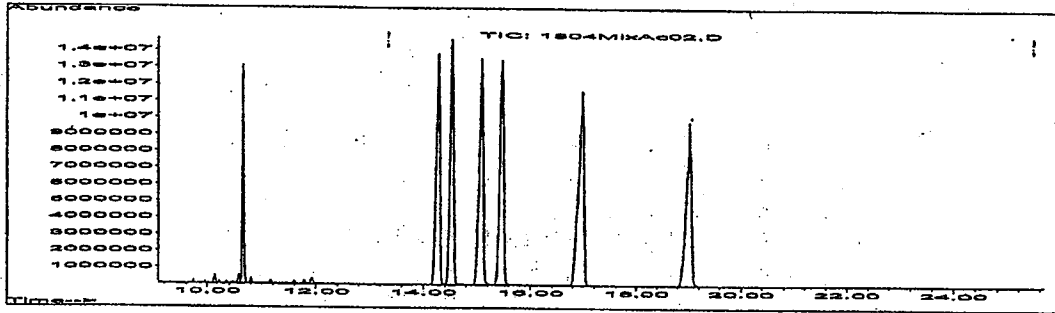
11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



Data File Name 1804MixAc02.D  
 Data File Path D:\Msd22\2007\Avril07\1804\  
 Operator 26  
 Date Acquired 4/18/2007 10:55  
 Acq. Method File MAN\_52.M  
 Sample Name Mix Ac 100  
 Vial Number 2  
 Misc Info Mix Acétate 002 100ng injecté



**Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)**

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.67		258	18,215,812
Etiocholanolone AC	14.30	1.340	272	33,127,211
Androsterone AC	14.56	1.365	272	54,735,227
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.11	1.417	256	32,971,084
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.49	1.452	316	42,609,429
11 KetoEtiocholanolone AC	16.99	1.593	271	42,664,789
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	19.05	1.785	284	40,199,025

**M2 signal**

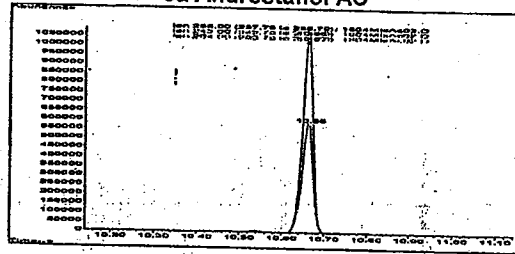
Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	213	49,366,299	106.3
Etiocholanolone AC	257	21,542,237	65.0
Androsterone AC	257	24,121,267	44.1
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	29,100,836	88.3
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	25,930,474	60.9
11 KetoEtiocholanolone AC	191	36,984,442	86.7
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	23,130,632	57.5

**M3 signal**

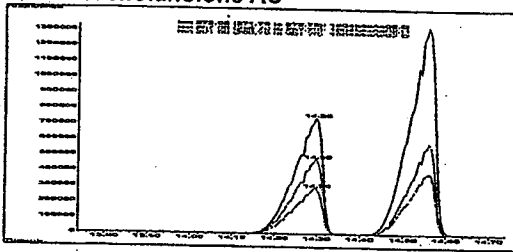
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	10,547,896	57.9
Etiocholanolone AC	201	13,490,759	40.7
Androsterone AC	218	17,071,062	31.2
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	25,585,959	77.6
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	21,811,708	51.2
11 KetoEtiocholanolone AC	286	25,436,479	59.6
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	10,643,184	26.5

32

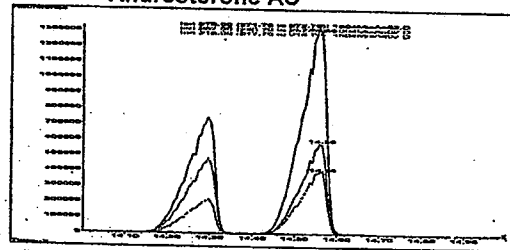
5a Androstanol AC



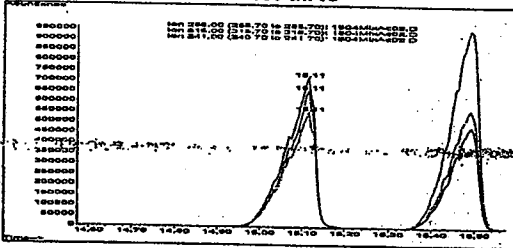
Etiocholanolone AC



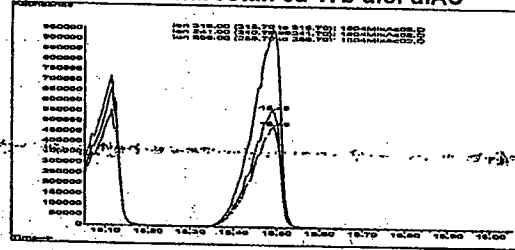
Androsterone AC



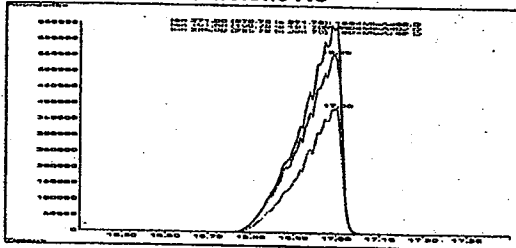
5b Androstan 3a 17b diol diAC



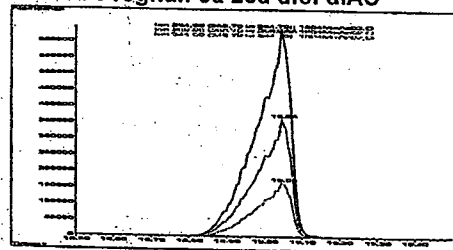
5a Androstan 3a 17b diol diAC



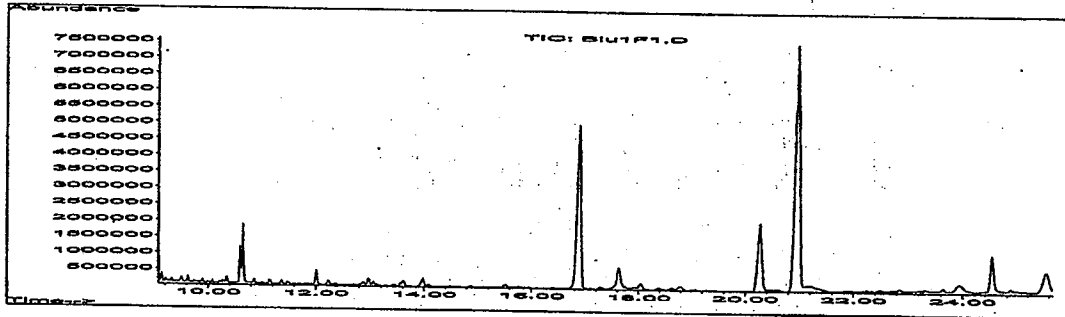
11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



Data File Name Blu1F1.D  
 Data File Path D:\Msd22\2007\Avril\07\1804\  
 Operator 26  
 Date Acquired 4/18/2007 16:52  
 Acq. Method File MAN\_52.M  
 Sample Name Blu 1 F1  
 Vial Number 7  
 Misc Info Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 1 dans 100µL



**Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)**

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.66		258	2,272,151
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	16.90	1.586	271	13,241,059
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

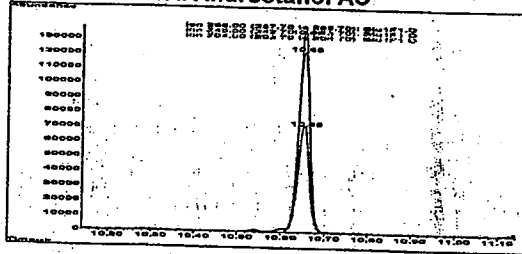
**M2 signal**

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	2,487,362	109.5
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	11,827,265	89.3
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

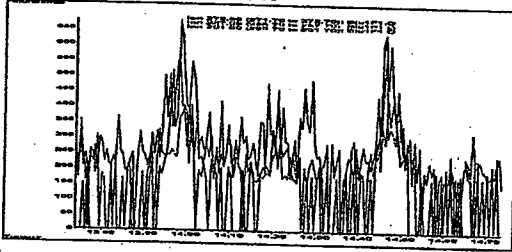
**M3 signal**

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	1,317,024	58.0
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	7,676,933	58.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

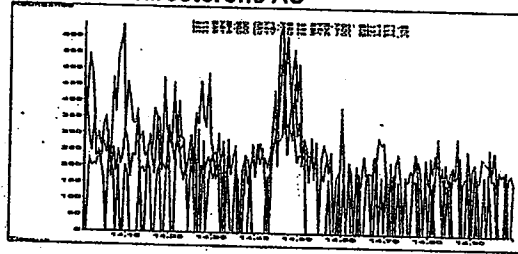
5a Androstanol AC



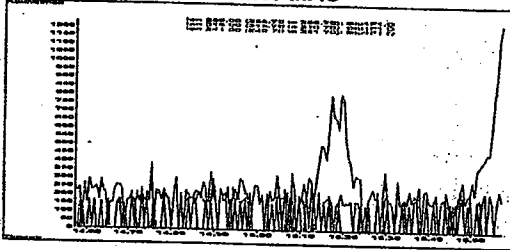
Etiocholanolone AC



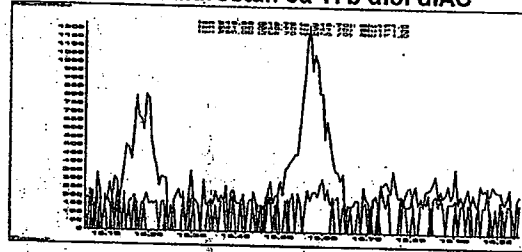
Androsterone AC



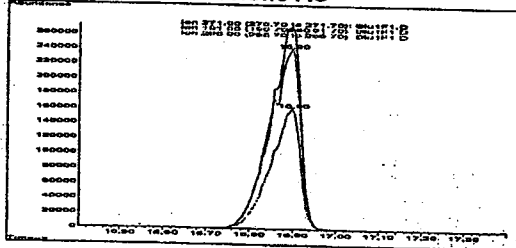
5b Androstan 3a 17b diol diAC



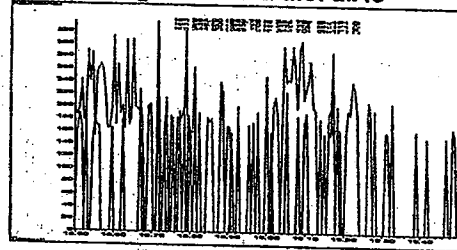
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC



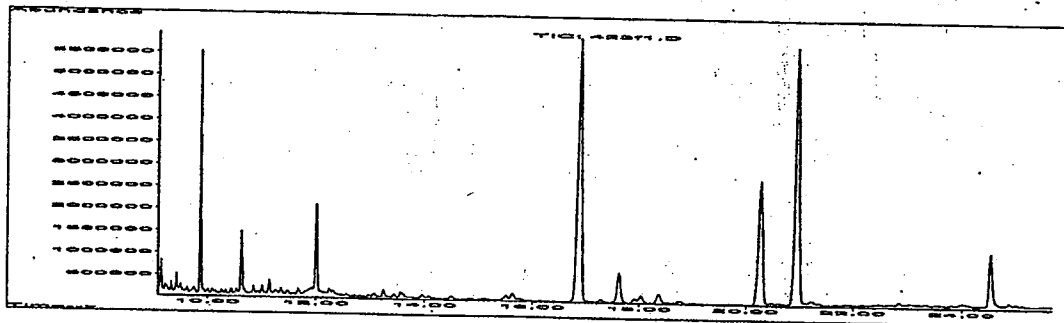
5b Pregnan 3a 20a diol diAC





D:\Msd22\2007\Avril07\1804\423f1.D

Data File Name 423f1.D  
 Data File Path D:\Msd22\2007\Avril07\1804\  
 Operator 26  
 Date Acquired 4/18/2007 17:24  
 Acq. Method File MAN\_52.M  
 Sample Name A 825423 F1  
 Vial Number 8  
 Misc Info A 825423 Fraction 1 dans 100µL



**Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)**

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.65		258	962,564
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan.3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	16.90	1.588	271	15,886,746
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

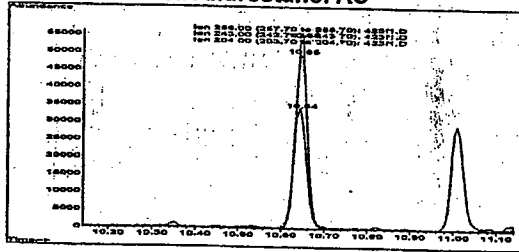
**M2 signal**

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	1,074,162	111.6
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	14,217,578	89.5
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

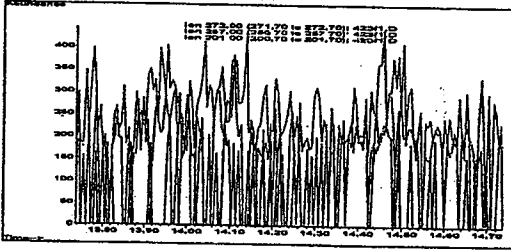
**M3 signal**

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	739,641	76.8
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	9,241,726	58.2
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

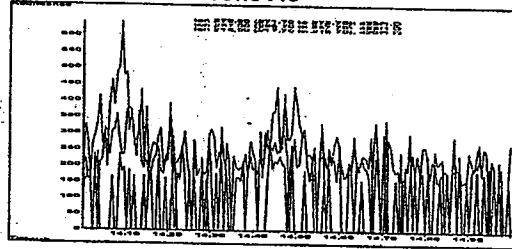
5a Androstanol AC



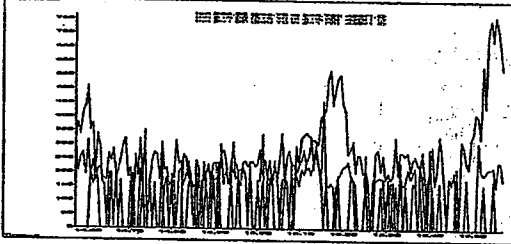
Etiocholanolone AC



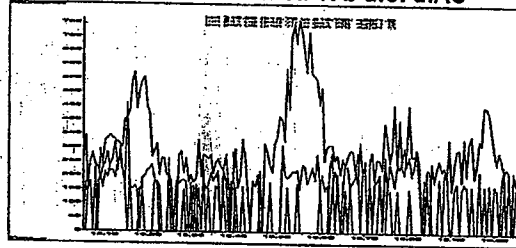
Androsterone AC



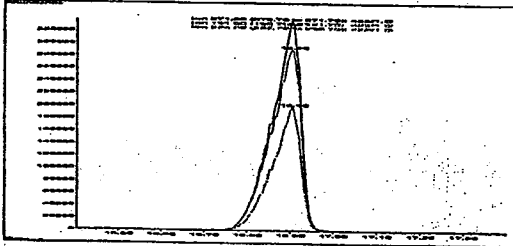
5b Androstan 3a 17b diol diAC



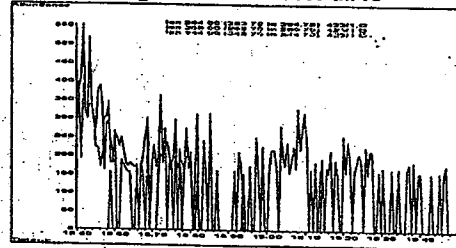
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



D:\MsD22\2007\Avril07\1804\Blu1F2.D

Data File Name Blu1F2.D

Data File Path D:\MsD22\2007\Avril07\1804\

Operator 26

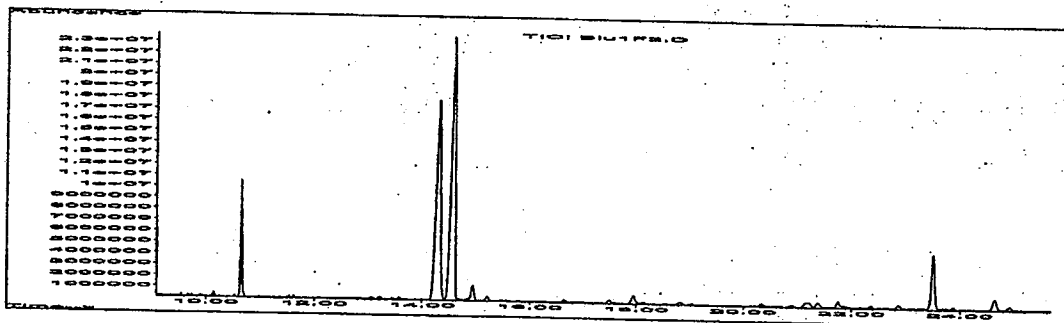
Date Acquired 4/18/2007 15:47

Acq. Method File MAN\_52.M

Sample Name Blu 1 F2

Vial Number 5

Misc Info Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 2 dans 400µL



**Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)**

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.66		258	15,089,750
Etiocholanolone AC	14.32	1.343	272	55,303,047
Androsterone AC	14.59	1.368	272	110,860,459
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

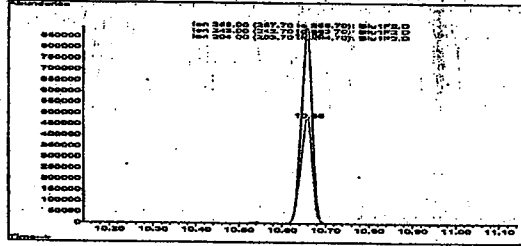
**M2 signal**

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	16,217,788	107.5
Etiocholanolone AC	257	34,808,672	62.9
Androsterone AC	257	47,694,455	43.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

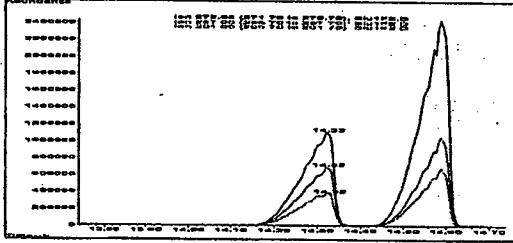
**M3 signal**

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	8,836,929	58.6
Etiocholanolone AC	201	20,281,153	36.7
Androsterone AC	218	32,726,814	29.5
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

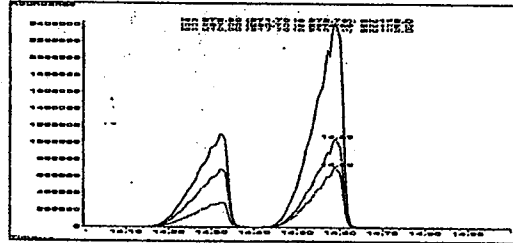
5a Androstanol AC



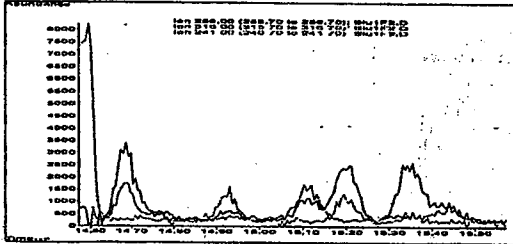
Etiocholanolone AC



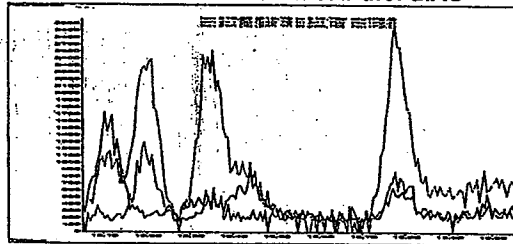
Androsterone AC



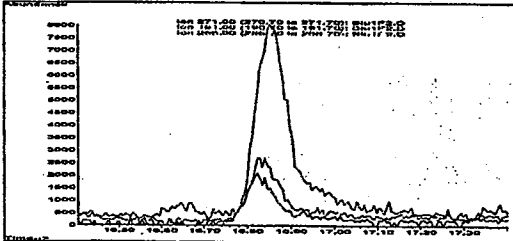
5b Androstan 3a 17b diol diAC



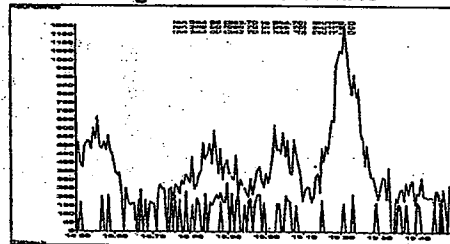
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC

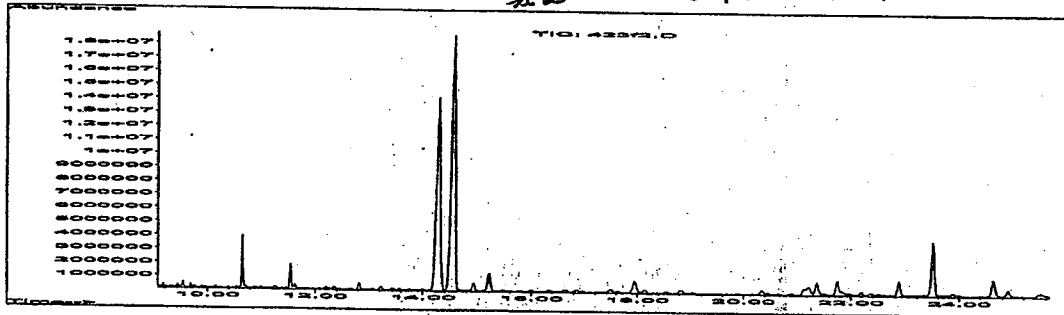


5b Pregnan 3a 20a diol diAC



Data File Name 423f2.D  
 Data File Path D:\MsD22\2007\Avril07\1804\  
 Operator 26  
 Date Acquired 4/18/2007 16:19  
 Acq. Method File MAN\_52.M  
 Sample Name A 825423 F2  
 Vial Number 6  
 Misc Info A 825423 Fraction 3 dans 400µL

*X2* *18/4/7* *262*



**Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)**

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.66		258	4,670,357
Etiocholanolone AC	14.31	1.343	272	34,777,154
Androsterone AC	14.58	1.368	272	76,450,792
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

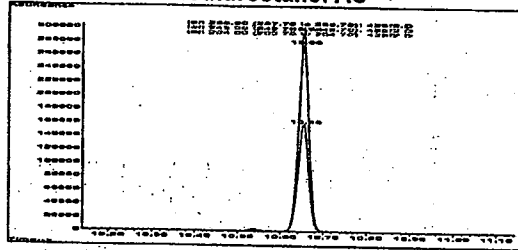
**M2 signal**

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	5,059,917	108.3
Etiocholanolone AC	257	22,013,662	63.3
Androsterone AC	257	33,059,441	43.2
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

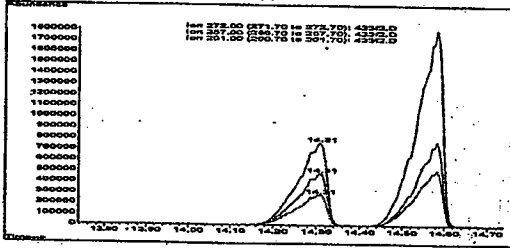
**M3 signal**

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	2,763,242	59.2
Etiocholanolone AC	201	13,699,028	39.4
Androsterone AC	218	23,484,508	30.7
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

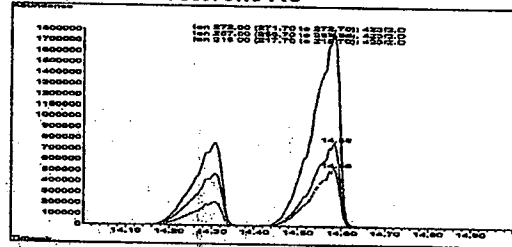
5a Androstanol AC



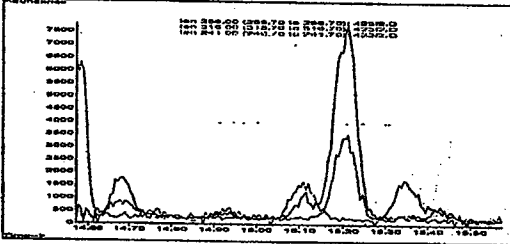
Etiocholanolone AC



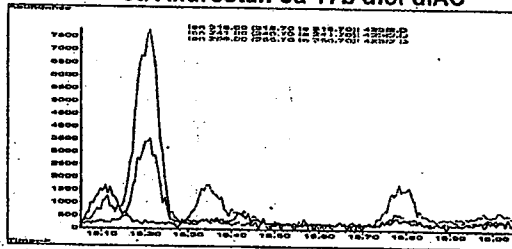
Androsterone AC



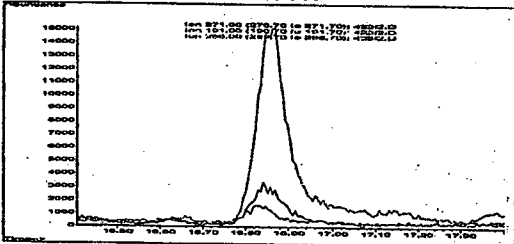
5b Androstan 3a 17b diol diAC



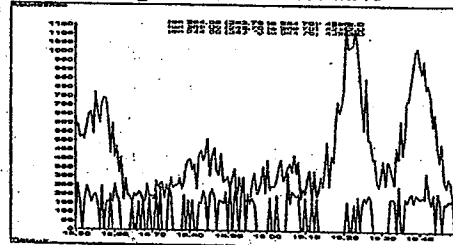
5a Androstan 3a 17b diol diAC



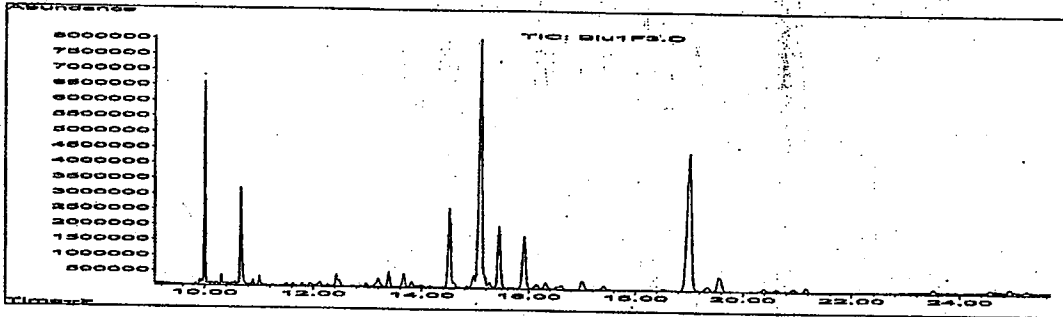
11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



Data File Name Blu1F3.D  
 Data File Path D:\MsD22\2007\Avril07\1804\  
 Operator 26  
 Date Acquired 4/18/2007 14:43  
 Acq. Method File MAN\_52.M  
 Sample Name Blu 1 F3  
 Vial Number 3  
 Misc Info Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 3 dans 100µL



**Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)**

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.67		258	3,938,051
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.11	1.416	256	14,832,048
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.45	1.448	316	3,968,366
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	19.02	1.783	284	15,750,842

**M2 signal**

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	4,279,679	108.7
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	12,735,506	85.9
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	2,614,220	65.9
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	9,142,646	58.0

**M3 signal**

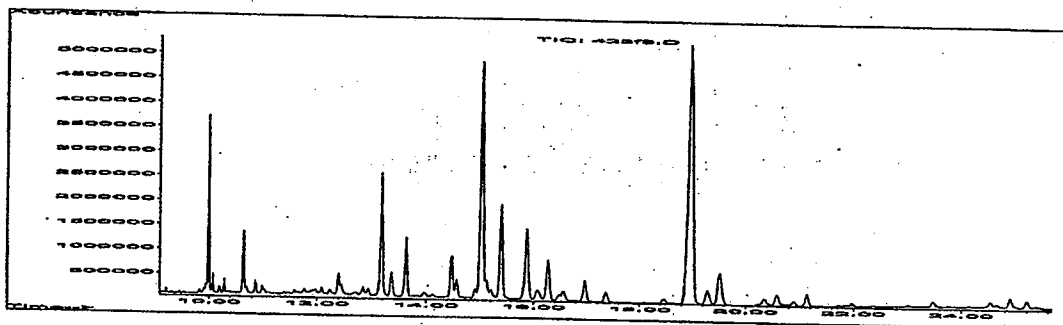
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	2,345,093	59.5
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	11,764,002	79.3
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	2,112,682	53.2
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	4,095,905	26.0

42





Data File Name 423f3.D  
 Data File Path D:\MsD22\2007\Avril\07\1804\  
 Operator 26  
 Date Acquired 4/18/2007 15:15  
 Acq. Method File MAN\_52.M  
 Sample Name A 825423 F3  
 Vial Number 4  
 Misc Info A 825423 Fraction 3 dans 100µL



**Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)**

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.65		258	1,579,300
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.05	1.413	256	7,915,545
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.41	1.447	316	4,124,061
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	18.98	1.782	284	20,213,230

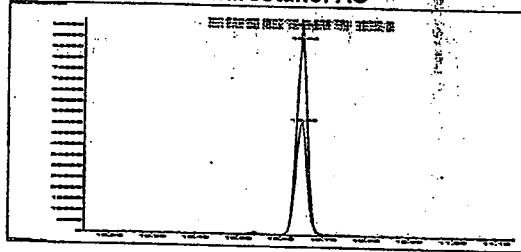
**M2 signal**

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	1,699,145	107.6
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	7,006,066	88.5
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	2,651,989	64.3
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	11,658,479	57.7

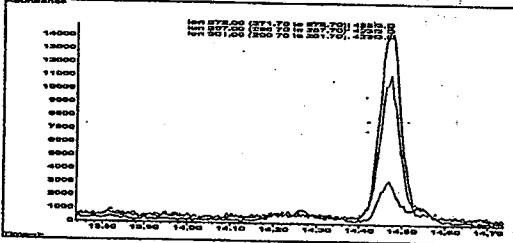
**M3 signal**

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	951,389	60.2
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	6,259,953	79.1
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	2,179,890	52.9
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	5,306,797	26.3

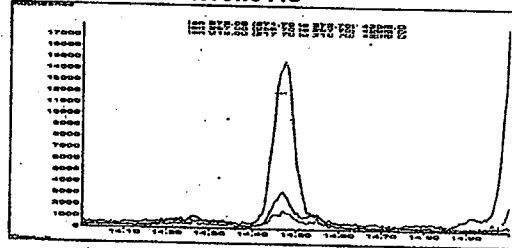
5a Androstanol AC



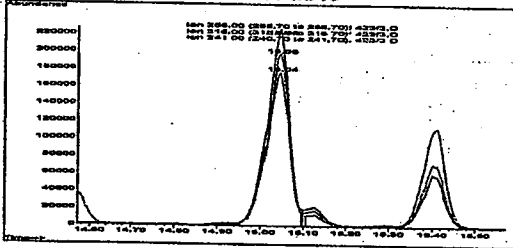
Etiocholanolone AC



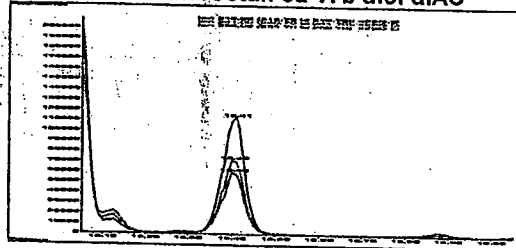
Androsterone AC



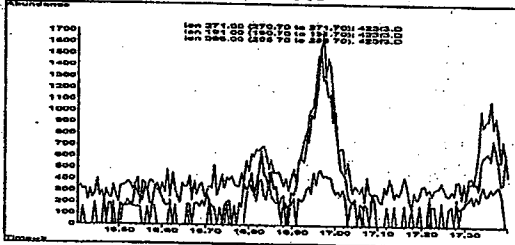
5b Androstan 3a 17b diol diAC



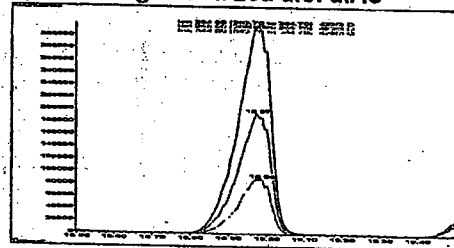
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



45

<b>a f l d</b> Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : E-CC-11C Version : A Date : 21/03/2007
		1/1
<b>VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CG/SM EN VUE          D'UNE CONFIRMATION IRMS</b>		

Appareil : 18002

Date : 27/4/7

1 - Source d'ionisation et étanchéité du système

MSD Ion 69 ou 219 majoritaire  
 Abondance de l'ion 502 > 3%  
 18/69 (H<sub>2</sub>O), 28/69(N<sub>2</sub>), 32/69(O<sub>2</sub>), 44/69 (CO<sub>2</sub>) < 10%

Oui	Non	Code op
✓		12
✓		12
✓		12

Observations :

2- Conformité du Mix

	Fichier	Oui	Non	Code op
Mix	1804 Flux Ac 01	✓		12
Mix	1804 Flux Ac 02	✓		12
Mix				
Mix				
Mix				
Ref				
Ref				
Ref				
Ref				
Ref				

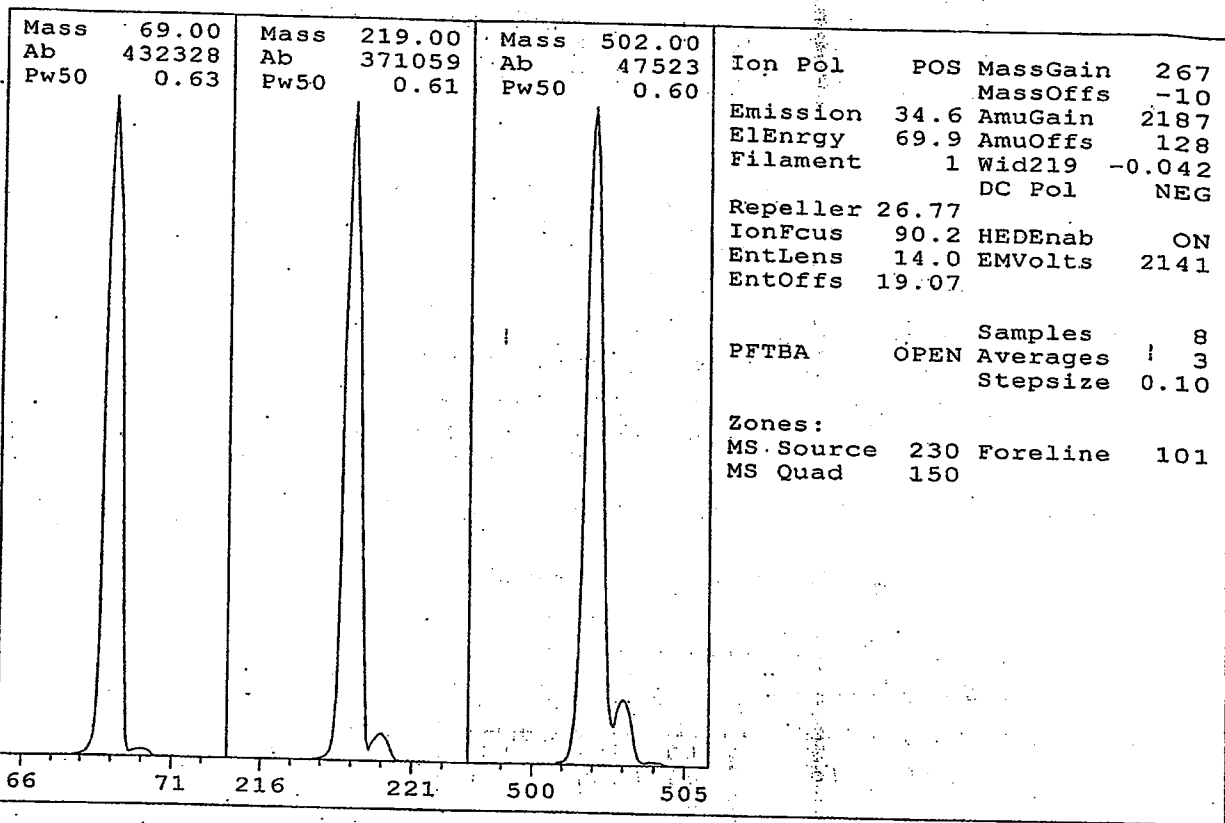
Observations éventuelles du responsable :

*Cet enregistrement est à archiver dans le classeur C-MA-Ech de l'appareil*

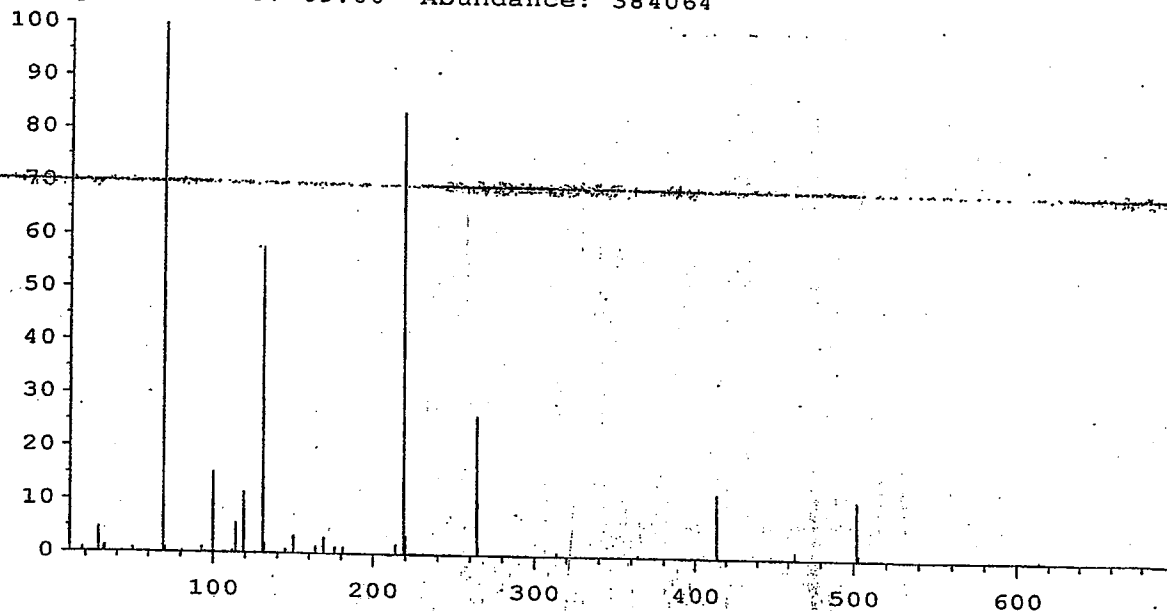
Wed Apr 18 08:50:06 2007  
 C:\MSDCHEM\1\5973N\ATUNE.U

5973 Autotune

Instrument: MSD22



Scan: 10.00 -- 700.00 Samples: 8 Thresh: 100 Step: 0.10  
 118 peaks Base: 69.00 Abundance: 384064



Mass	Abund	Rel Abund	Iso Mass	Iso Abund	Iso Ratio
69.00	384064	100.00	70.00	4169	1.09
219.00	320768	83.52	220.00	13756	4.29
502.00	42208	10.99	503.00	4219	10.00

47

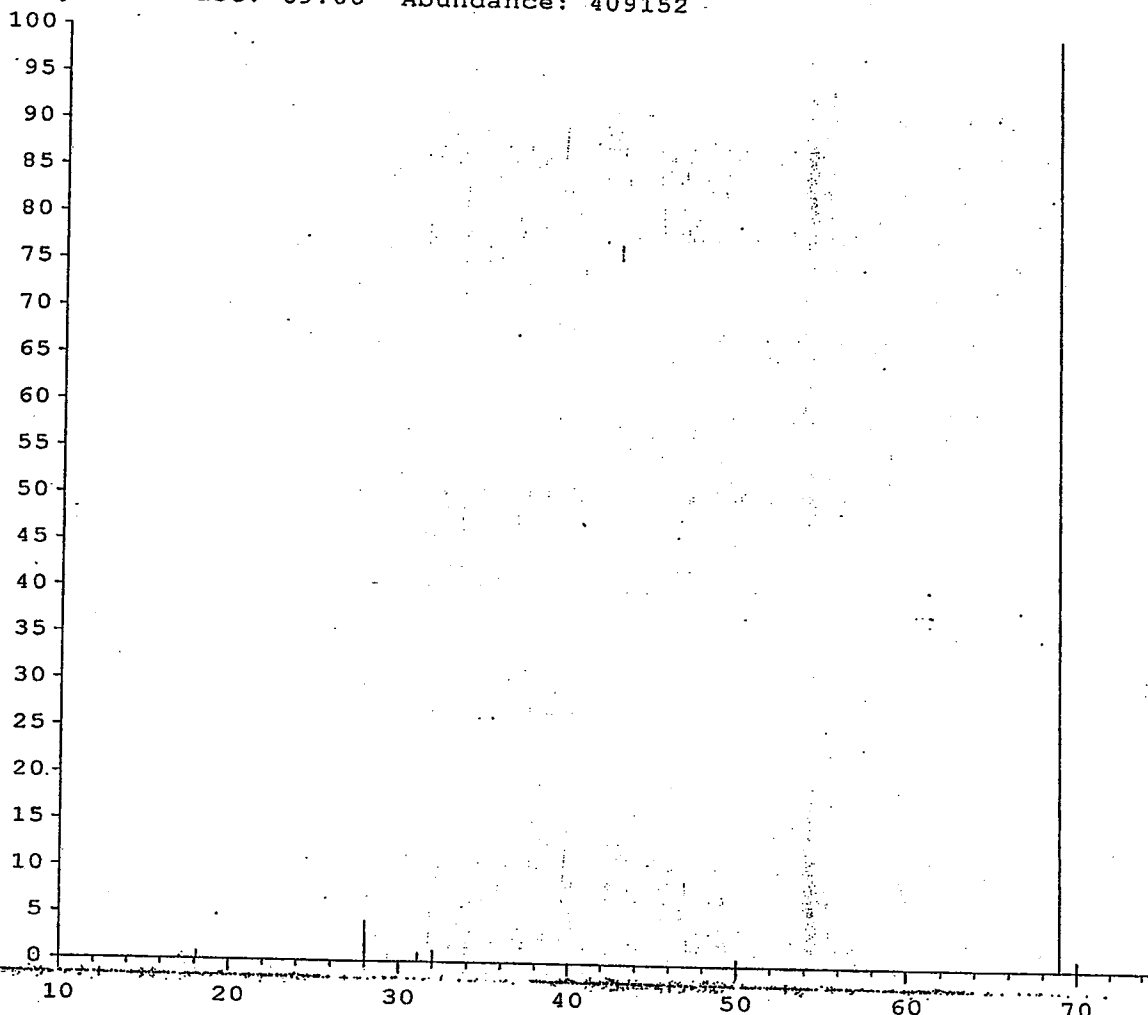
5973 Air and Water Check

Instrument: MSD22

Wed Apr 18 08:51:27 2007

C:\MSDCHEM\1\5973N\

Scan: 10.00 - 75.00 Samples: 8 Thresh: 0 Step: 0.10  
66 peaks Base: 69.00 Abundance: 409152



Mass	Abund	Rel Abund	Iso	Mass	Iso Abund	Iso Ratio
69.00	409152	100.00		70.00	4572	1.12
18.10	3435	0.84		0.00	C	0.00
28.00	17784	4.35		29.10	221	1.24

Current Params used: ATUNE.U

Relative abundances:

18/69 = 0.84	Water%
28/69 = 4.35	Nitrogen%
32/69 = 1.26	Oxygen%
44/69 = 0.11	Carbon Dioxide%
28/18 = 517.73	Nitrogen/Water%

48

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification :	E-FCR-09
		Version :	B
		Date :	20/09/2006
1/3			
FICHE D'ANALYSE / RESULTAT ANALYSE QUALITATIVE GC/MS POUR CONFIRMATION GC/C/IRMS			

Echantillon :

Tolérances fixées par l'AMA ( document : WADA Technical Document - TD2003IDCR )

Tolérances sur le tr et le trr : +/-1% ou +/- 0,2 min (prendre la plus faible des deux)

Pour les abondances relatives > 50% il est admis +/- 10% (en absolu) de variation  
 25 < ab < 50% +/- 20% (en relatif)  
 < 25% +/- 5% (en absolu)

COPIE CERTIFIÉE  
 CONFORME DES DONNÉES  
 ET FORMULAIRES ORIGINAUX

Calcul des abondances en : Tabulation:  Surface:  Hauteur:

Standard Interne:

	Mix	Fraction F1	Fraction F2	Fraction F3
Tr (min)	10,67	10,65	10,66	10,65
Fichier	1804Mix Ac01	423f1	423f2	423f3

Substance caractérisée :  Fichier :

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	16,97	1,590	100	87,9	58,0	16,90	1,588	100	89,5	58,2
Tolérance basse	16,80	1,574		77,9	48,0					
Tolérance haute	17,14	1,606		97,9	68,0					

Concordance des Tr : oui  non   
 Concordance des Trr : oui  non   
 Concordance globale des abondances relatives : oui  non

Substance caractérisée :  Fichier :

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	14,29	1,339	100	65,4	42,7	14,31	1,343	100	63,3	39,4
Tolérance basse	14,15	1,326		55,4	34,2					
Tolérance haute	14,43	1,352		75,4	51,2					

Concordance des Tr : oui  non   
 Concordance des Trr : oui  non   
 Concordance globale des abondances relatives : oui  non









LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN -41 Version : B Date : 28/10/2005 1 / 2
<b>MODE OPERATOIRE D'ANALYSE POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR CPG/C/SMRI</b>		

**COLONNE**

Type: DB17-MS JW Scien 122.4732  
 Longueur: 30m  
 Diamètre interne: 0.25mm  
 Epaisseur du film: 0.25µm

ASSURANCE QUALITÉ  
LNDD

**INJECTION**

Mode: Splitless (insert splitless)  
 Température injecteur: 280°C  
 Volume injecté: 1µl-4µl  
 Solvants de rinçage ALS: Solvant A: Acétonitrile  
 Solvant B: Hexane

**CONFIDENTIEL**

APPLICABLE le

**28 OCT. 2005**

**CONDITIONS GC**

Température initiale: 70°C pendant 1 min  
 Gradient de température: 70→271°C à 30°C/min  
 271°C→281°C à 0.6°C/min  
 281°C pendant 3 min  
 281→300°C à 5°C/min  
 Température finale: 300°C pendant 5 min  
 Temps d'analyse: 45 min  
 Pression constante: Ajuster le SI à environ 870s

**INTERFACE**

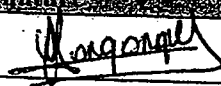
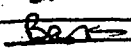
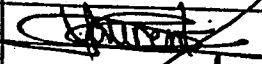
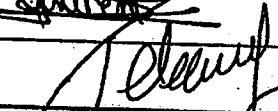
Piège à eau: -100°C  
 Ligne de transfert: 350°C  
 Four à combustion: 850°C

**CONDITIONS SM**

Mode d'acquisition: ions 44, 45 et 46  
 Programmation de l'acquisition: Temps d'acquisition total: 2580s  
 à 100s RG open  
 à 130s RG close  
 à 160s RG open  
 à 190s RG close  
 à 220s RG open  
 à 250s RG close  
 à 750s HS close  
 à 2000s HS open  
 à 2400s RG open  
 à 2430s RG close  
 à 2460s RG open  
 à 2490s RG close  
 à 2510s RG open  
 à 2540s RG close

52

<b>LNDD</b>	<b>MODE OPÉRATEUR</b>	Codification : M-AN -41 Version : B Date : 28/10/2005 2/2
<b>MODE OPERATOIRE D'ANALYSE POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR CPG/C/SMRI</b>		

Action	Persanne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	28/10/2005	
vérifié par	Caroline BASTIEN	28/10/2005	
vérifié par	Aurélie LAURENT	28/10/2005	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	28/10/2005	

**EVOLUTIONS**

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	27/05/2002
A	Acceptation du projet après conversion du tr du SI en seconde, création de la version A	14/10/2002
B	Révision biennale	28/10/2005

**CONFIDENTIEL**

<b>a f l d</b> Département des analyses	<b>ENREGISTREMENT</b>	Codification : E-INFO Version : D Date : 05/10/2006 1/1
<b>COMPLEMENT TRANSITOIRE D'UN DOCUMENT QUALITE</b>		

Cet enregistrement n'est à utiliser que si la modification est **URGENTE** et majeure et/ou conséquente et/ou applicable à plusieurs documents

Référence(s) du(des) document(s) qualité concerné(s) : **N-AN-41 (Vers. B)**

Durée d'application de la modification:

TEMPORAIRE, date de début d'application : ..... date de fin d'application:

DEFINITIVE (modification à apporter dans la prochaine version du(des) doc. concerné(s))

date de début d'application: **15/01/07**

Modification apportée :

**CONFIDENTIEL**

- Pour analyser la Testostérone xule, modification des conditions SN au niveau de la programmation de l'acquisition (N-AN41B pour l'instrument) :

100	RG	open	2430	RG	close
130	RG	close	2460	RG	open
160	RG	open	2490	RG	close
190	RG	close	2510	RG	open
220	RG	open			
250	RG	close			
750	HS	close			
1150	HS	open			
1300	HS	close			
2000	HS	open			

**ASSURANCE QUALITÉ**  
 a f l d  
 Département des Analyses

VISA DU RESPONSABLE TECHNIQUE:

*[Signature]*

Identification par un NUMERO. 95  
 et validation de cet enregistrement par l'Assurance Qualité (tampon)

L'original de cet enregistrement est à archiver vivant à l'Assurance Qualité

54

Masslynx - Sample List

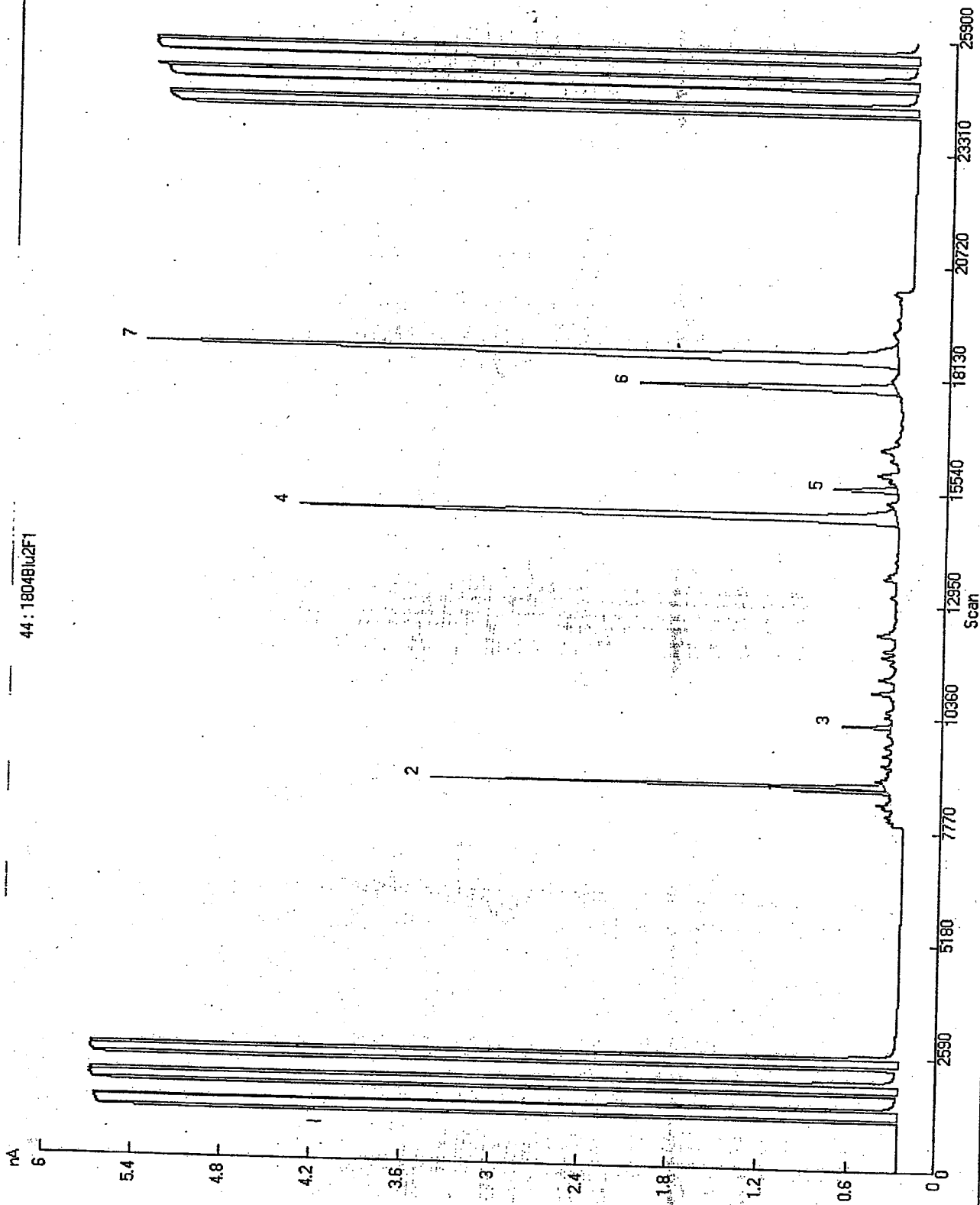
Sample List: C:\MassLynx Projects\contrôle2007.PRO\SampleDB\1804.spl  
 Printed: Thu Apr 19 09:19:48 2007

File Name	File Text	MS File	Inlet File	Bottle	Inject Volume	Process	Process Options
1 1804stabilite1	test de stabilite	Co2 stab	Do Nothing	1	0.000	IsoPrimeDP	PrintReport
2 1804stabilite2	test de stabilite	Co2 stab	Do Nothing	1	0.000	IsoPrimeDP	PrintReport
3 1804stabilite3	test de stabilite	Co2 stab	Do Nothing	1	0.000	IsoPrimeDP	PrintReport
4 1804MixCalIRMS01	test de performance Mix Cal IRMS 005	M-AN38B	M-AN38b	1	10.000	IsoPrimeDP	PrintReport
5 1804MixCalIRMS02	test de performance Mix Cal IRMS 005	M-AN38B	M-AN38b	1	10.000	IsoPrimeDP	PrintReport
6 1804MixCalIRMS03	test de performance Mix Cal IRMS 005	M-AN38B	M-AN38b	1	10.000	IsoPrimeDP	PrintReport
7 1804MixCalAcetate01	Calibration Mix Cal Acetate 001C	M-AN41	M-AN41	2	10.000	IsoPrimeDP	PrintReport
8 1804Blu1F3	Blanc urinaire 1 pool 4 F3/40ul	M-AN41	M-AN41	3	30.000	IsoPrimeDP	PrintReport
9 1804855F3	A 993855 F3/40ul	M-AN41	M-AN41	4	30.000	IsoPrimeDP	PrintReport
10 1804855F3-2	A 993855 F3/30ul	M-AN41	M-AN41	4	30.000	IsoPrimeDP	PrintReport
11 1804Blu1F2	Blanc urinaire 1 pool 4 F2/750ul	M-AN41	M-AN41	5	20.000	IsoPrimeDP	PrintReport
12 1804855F2	A 993855 F2/580ul	M-AN41	M-AN41	6	20.000	IsoPrimeDP	PrintReport
13 1804Blu1F1	Blanc urinaire 1 pool 4 F1/60ul	M-AN41	M-AN41	7	10.000	IsoPrimeDP	PrintReport
14 1804855F1	A 993855 F1/75ul	M-AN41	M-AN41	8	10.000	IsoPrimeDP	PrintReport
15 1804Blu2F3	Blanc urinaire 2 Pool 4 F3/30ul	M-AN41	M-AN41	9	30.000	IsoPrimeDP	PrintReport
16 1804423F3	A 825423 F3/30ul	M-AN41	M-AN41	10	30.000	IsoPrimeDP	PrintReport
17 1804Blu2F2	Blanc urinaire 2 Pool 4 F2/750ul	M-AN41	M-AN41	11	20.000	IsoPrimeDP	PrintReport
18 1804423F2	A 825423 F2/400ul	M-AN41	M-AN41	12	20.000	IsoPrimeDP	PrintReport
19 1804Blu2F1	Blanc urinaire 2 Pool 4 F1/60ul	M-AN41	M-AN41	13	20.000	IsoPrimeDP	PrintReport
20 1804423F1	A 825423 F1/60ul	M-AN41	M-AN41	14	20.000	IsoPrimeDP	PrintReport
21 1804MixCalAcetate02	Calibration Mix Cal Acetate 001C	M-AN41	M-AN41	2	10.000	IsoPrimeDP	PrintReport

Séquence vérifiée par : ....49...126

Remarques : .....

44: 1804B142F1



# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1804Blu2F1.raw  
 Project: controle2007.PRO  
 Sample list: 1804.spl  
 Line: 19  
 MS file: M-AN41  
 Inlet: GC-combustion  
 Inlet file: M-AN41  
 Sample ID:  
 Description: Blanc urinaire 2 Pool 4 F1/60uL

Acquisition Date: 18/4/07 21:41  
 Weight: 0.00  
 Injection Volume: 20  
 Bottle:  
 Type:  
 Standard:  
 Slot Number: JB 251  
 Run Index:

Reference standard					Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None
Gas: CO2      Uncalibrated CO2					
Ratio type: Elemental					
Deconvolution: Craig					
Elemental delta					
Label:	Value:	Molecular delta	Label:	Value:	wrt:
Ratio 1: 13C	-36.3	delta 45	delta 45	-34.63	PDB
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	delta 46	-20.06	PDB

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	5.37	128.0	1.1679E-02	3.8108E-03
2	5.43	187.8	1.1679E-02	3.8097E-03
3	5.42	247.9	1.1679E-02	3.8083E-03
11	5.02	2427.8	1.1680E-02	3.8095E-03
12	5.04	2487.7	1.1680E-02	3.8113E-03
13	5.12	2547.7	1.1679E-02	3.8119E-03

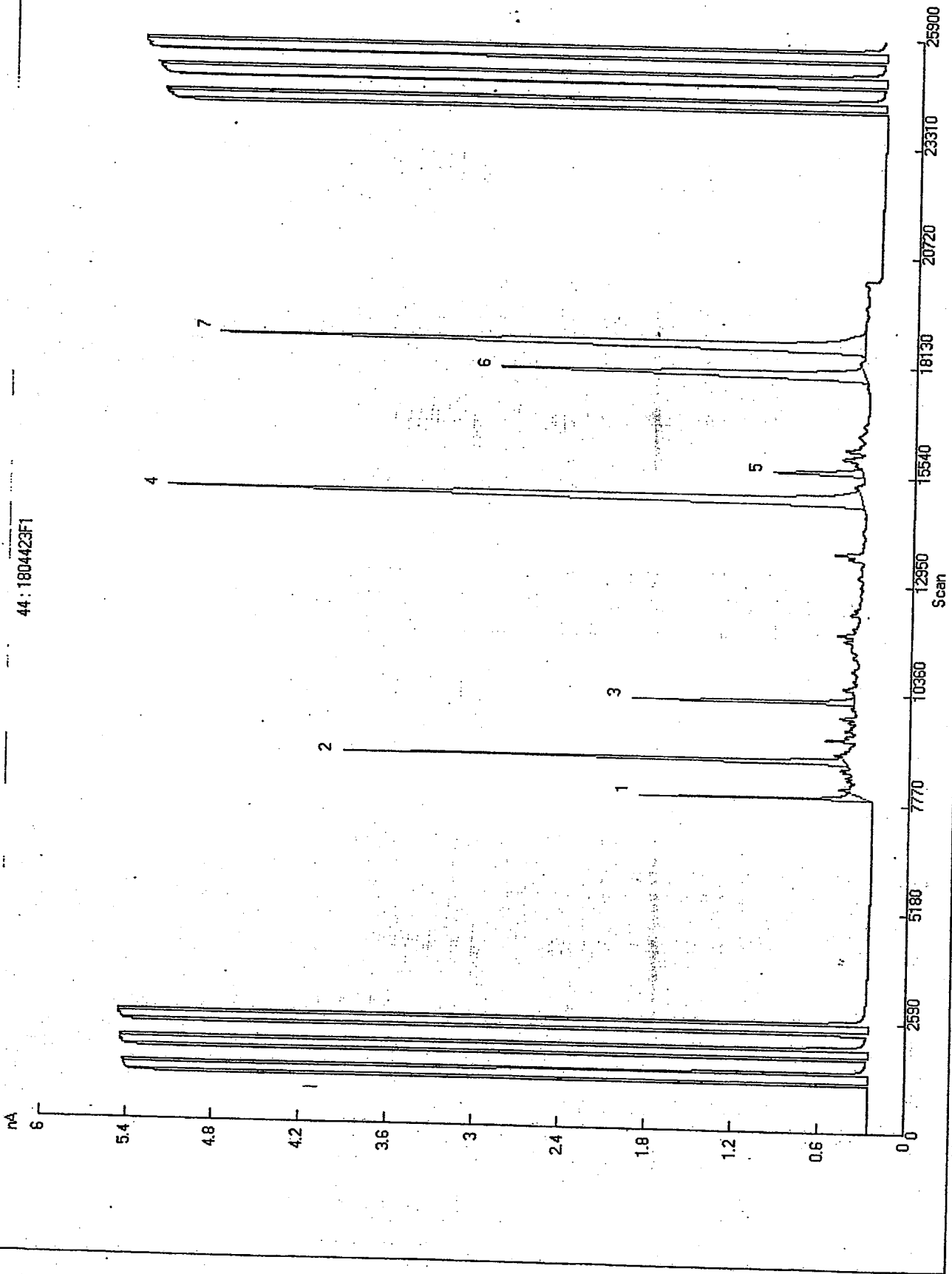
Mean: 1.1679E-02    3.8104E-03  
 Std Dev of fit (%): 0.03    0.27

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	870.4	0.83	3.1441E-09	1.1679E-02	0.00	-35.33	3.8985E-03	-29.33	-48.77	-19.42
2	888.63	0.85	1.4776E-08	1.1731E-02	4.44	30.76	3.6993E-03	-29.10	-48.56	-19.20
3	1019.0	0.34	1.8633E-09	1.1684E-02	0.41	-34.89	3.6965E-03	-29.85	-49.29	-19.95
4	1503.2	0.39	4.6699E-08	1.1799E-02	10.21	34.80	3.6991E-03	-29.22	-48.69	-19.33
5	1563.7	0.43	3.7455E-09	1.1799E-02	10.25	-24.76	3.6981E-03	-29.50	-48.97	-19.62
6	1796.7	1.72	1.8965E-08	1.1792E-02	9.64	-25.39	3.6984E-03	-29.45	-48.91	-19.56
7	1889.0	5.05	7.1242E-08	1.1800E-02	10.29	-24.74	3.7002E-03	-28.99	-48.46	-19.09

57

44:1804423F1



58



# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1804423F1.raw	Acquisition Date: 18/4/07 22:25
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 1804.spl	Injection Volume: 20
Line: 20	Bottle:
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: A 825423 F1/60uL	

Reference standard					Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None	
Gas: CO2      Uncalibrated CO2						
Ratio type: Elemental						
Deconvolution: Craig						
Elemental delta					Molecular delta	
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:		
Ratio 1: 13C	-38.3	delta 45	-34.63	PDB		
Ratio 2: 18O	-20	delta 48	-20.06	PDB		

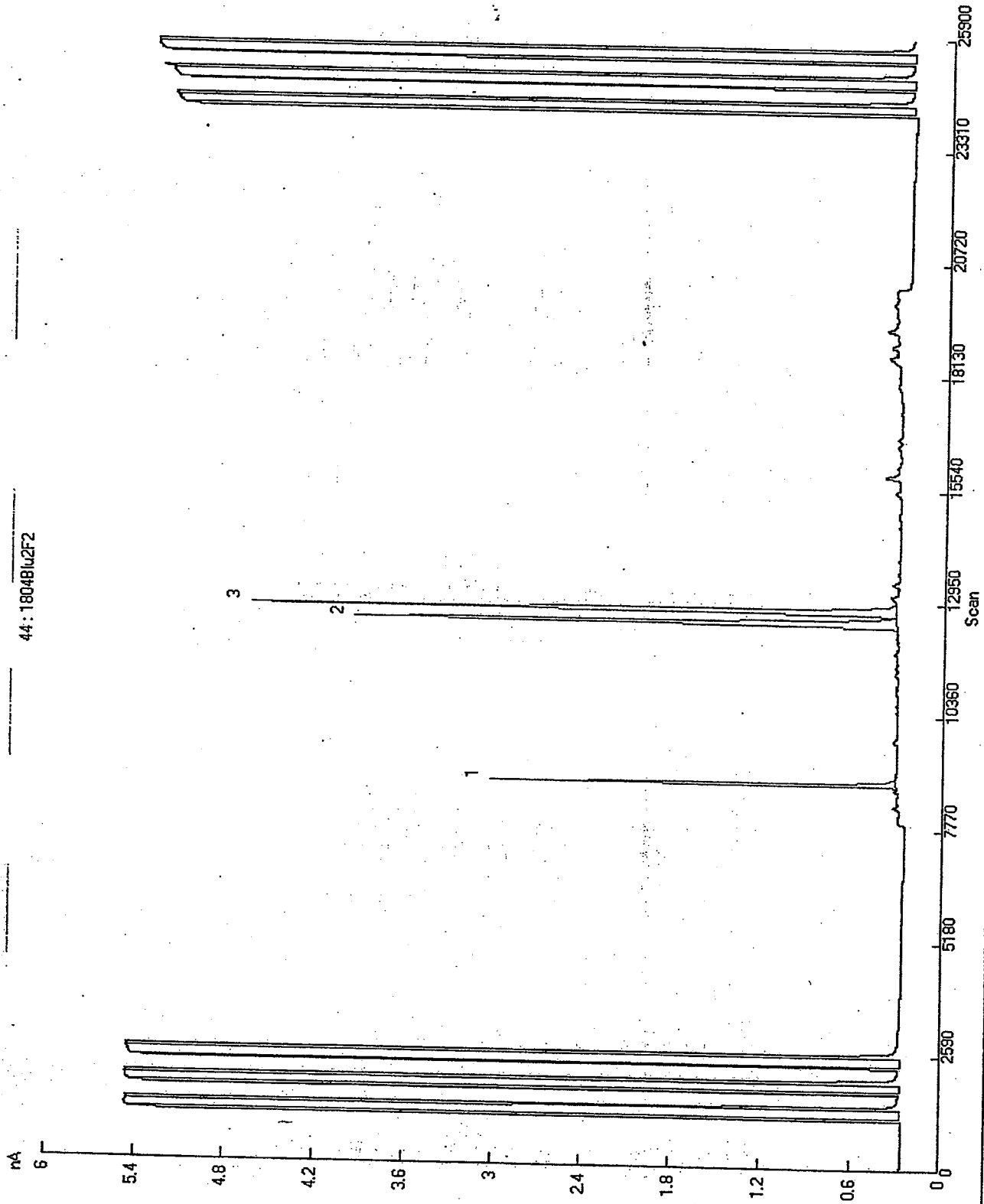
Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	5.15	127.8	1.1679E-02	3.8113E-03
2	5.18	187.7	1.1679E-02	3.8106E-03
3	5.18	247.7	1.1680E-02	3.8089E-03
11	4.97	2427.8	1.1680E-02	3.8089E-03
12	5.04	2487.7	1.1680E-02	3.8111E-03
13	5.12	2547.7	1.1680E-02	3.8113E-03

Mean: 1.1680E-02    3.8105E-03  
 Std Dev of fit (%): 0.02    0.28

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	792.2	1.58	7.1283E-09	1.1548E-02	-11.26	-46.93	3.6981E-03	-29.50	-48.91	-19.56
2	881.2	3.48	1.9718E-08	1.1732E-02	4.50	-30.69	3.6989E-03	-29.29	-48.74	-19.39
3	1020.8	1.54	8.7994E-09	1.1686E-02	0.54	-34.75	3.6968E-03	-29.83	-49.27	-19.93
4	1504.8	0.82	6.0977E-08	1.1824E-02	12.33	-22.62	3.6997E-03	-29.08	-48.56	-19.20
5	1565.1	0.62	5.4335E-09	1.1824E-02	12.32	-22.61	3.6965E-03	-29.92	-49.38	-20.04
6	1800.2	2.54	3.1125E-08	1.1812E-02	11.29	-23.68	3.6970E-03	-29.78	-49.24	-19.90
7	1867.5	4.48	5.6728E-08	1.1826E-02	12.52	-22.42	3.6982E-03	-29.48	-48.93	-19.58

44:1804DU2F2



6c

# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 18048lu2F2.raw	Acquisition Date: 18/4/07 20:11
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 1804.spl	Injection Volume: 20
Line: 17	Bottle:
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: Blanc urinaire 2.Pool 4 F2/750ul	

Reference standard					Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None	
Gas: CO2      Uncalibrated CO2						
Ratio type: Elemental						
Deconvolution: Craig						
Elemental delta					Molecular delta	
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:		
Ratio 1: 13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB		
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB		

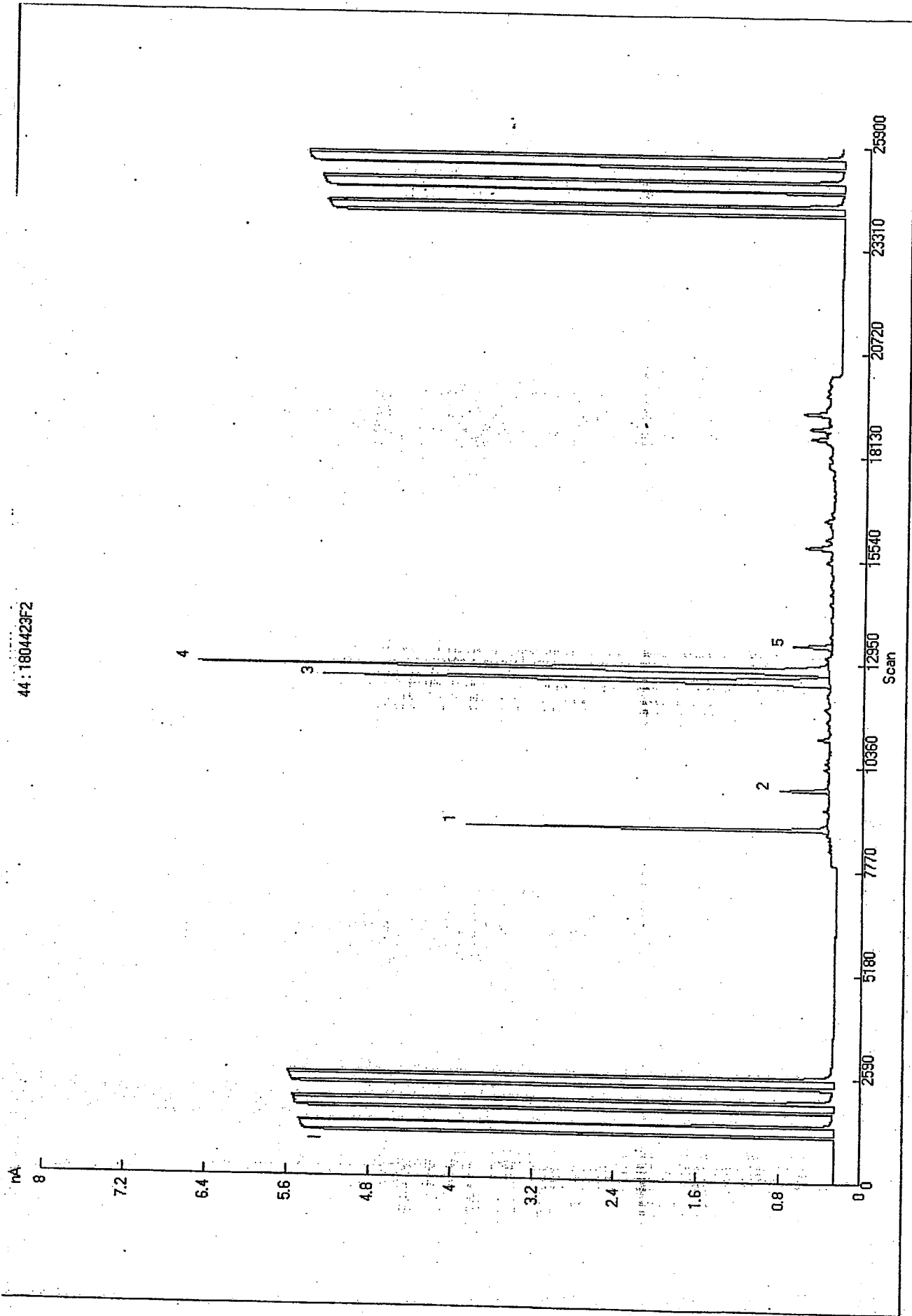
Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	5.19	127.8	1.1678E-02	3.8124E-03
2	5.19	187.7	1.1678E-02	3.8116E-03
3	5.18	247.7	1.1678E-02	3.8112E-03
7	4.95	2427.7	1.1679E-02	3.8102E-03
8	4.98	2487.7	1.1679E-02	3.8121E-03
9	5.09	2547.7	1.1679E-02	3.8127E-03

Mean: 1.1679E-02    3.8117E-03  
 Std Dev of fit (%): 0.02    0.27

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	88.80	237.9	1.2930E-08	1.1734E-02	4.78	-30.38	3.6978E-03	-29.94	-49.39	-20.05
2	125.07	316.4	3.0713E-08	1.1790E-02	9.50	-25.52	3.6986E-03	-29.66	-49.12	-19.77
3	127.01	433.3	3.3519E-08	1.1789E-02	10.31	-24.70	3.6996E-03	-29.40	-48.86	-19.51

44:1804423F2



62

# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1804423F2.raw	Acquisition Date: 18/4/07 20:56
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 1804.spl	Injection Volume: 20
Line: 18	Bottle:
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: A 825423 F2/400uL	

Reference standard					Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None	
Gas: CO2      Uncalibrated CO2						
Ratio type: Elemental						
Deconvolution: Craig						
Elemental delta					Molecular delta	
Label:	Value:		Label:	Value:	wrt:	
Ratio 1: 13C	-36.3		delta 45	-34.63	PDB	
Ratio 2: 18O	-20		delta 46	-20.06	PDB	

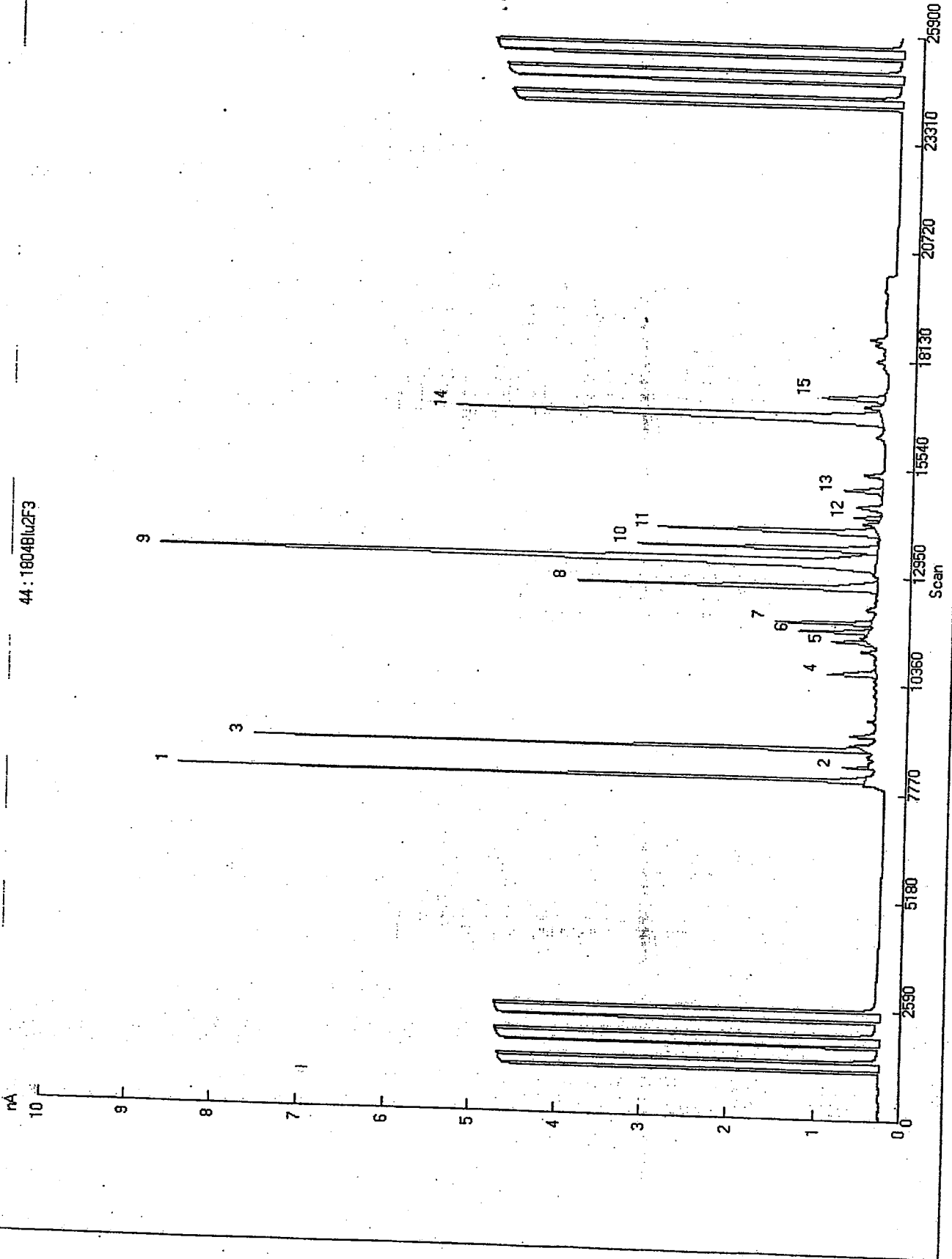
Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	5.19	127.9	1.1679E-02	3.8123E-03
2	5.26	187.7	1.1679E-02	3.8108E-03
3	5.30	247.8	1.1679E-02	3.8097E-03
9	5.05	2427.9	1.1680E-02	3.8090E-03
10	5.11	2487.8	1.1680E-02	3.8111E-03
11	5.25	2547.8	1.1680E-02	3.8111E-03

Mean: 1.1680E-02    3.8107E-03  
 Std Dev of fit (%): 0.03    0.33

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	88.174	3.55	1.7226E-08	1.1733E-02	4.59	-30.64	3.7010E-03	-28.81	-48.27	-18.90
2	979.5	0.49	3.0867E-09	1.1864E-02	15.77	-19.09	3.7003E-03	-28.97	-48.46	-19.09
3	1253.3	0.88	4.5906E-08	1.1814E-02	11.55	-23.24	3.7006E-03	-28.90	-48.38	-19.01
4	1280.9	0.57	5.3894E-08	1.1825E-02	12.42	-22.54	3.7010E-03	-28.78	-48.26	-18.89
5	1341.4	0.38	2.9334E-09	1.1795E-02	9.88	-25.15	3.6973E-03	-29.76	-49.22	-19.88

44: 18048102F3



69

# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1804BluzF3.raw	Acquisition Date: 18/4/07 18:29
Project: controle2007.PRO	Weight: 0,00
Sample list: 1804.spl	Injection Volume: 30
Line: 15	Bottle:
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: Blanc urinaire 2.Pool 4 F3/30uL	

Reference standard					Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None
Gas: CO2      Uncalibrated CO2					
Ratio type: Elemental					
Deconvolution: Craig					
Elemental delta					
	Label:	Value:	Molecular delta	Label:	Value:
Ratio 1:	13C	-38.3	delta 45	delta 45	-34.63
Ratio 2:	18O	-20	delta 46	delta 46	-20.08
				wrt:	PDB
					PDB

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.41	127.1	1.1681E-02	3.8049E-03
2	4.43	186.9	1.1681E-02	3.8080E-03
3	4.46	246.9	1.1681E-02	3.8070E-03
19	4.51	2427.3	1.1677E-02	3.8085E-03
20	4.59	2487.2	1.1678E-02	3.8099E-03
21	4.73	2547.2	1.1678E-02	3.8125E-03

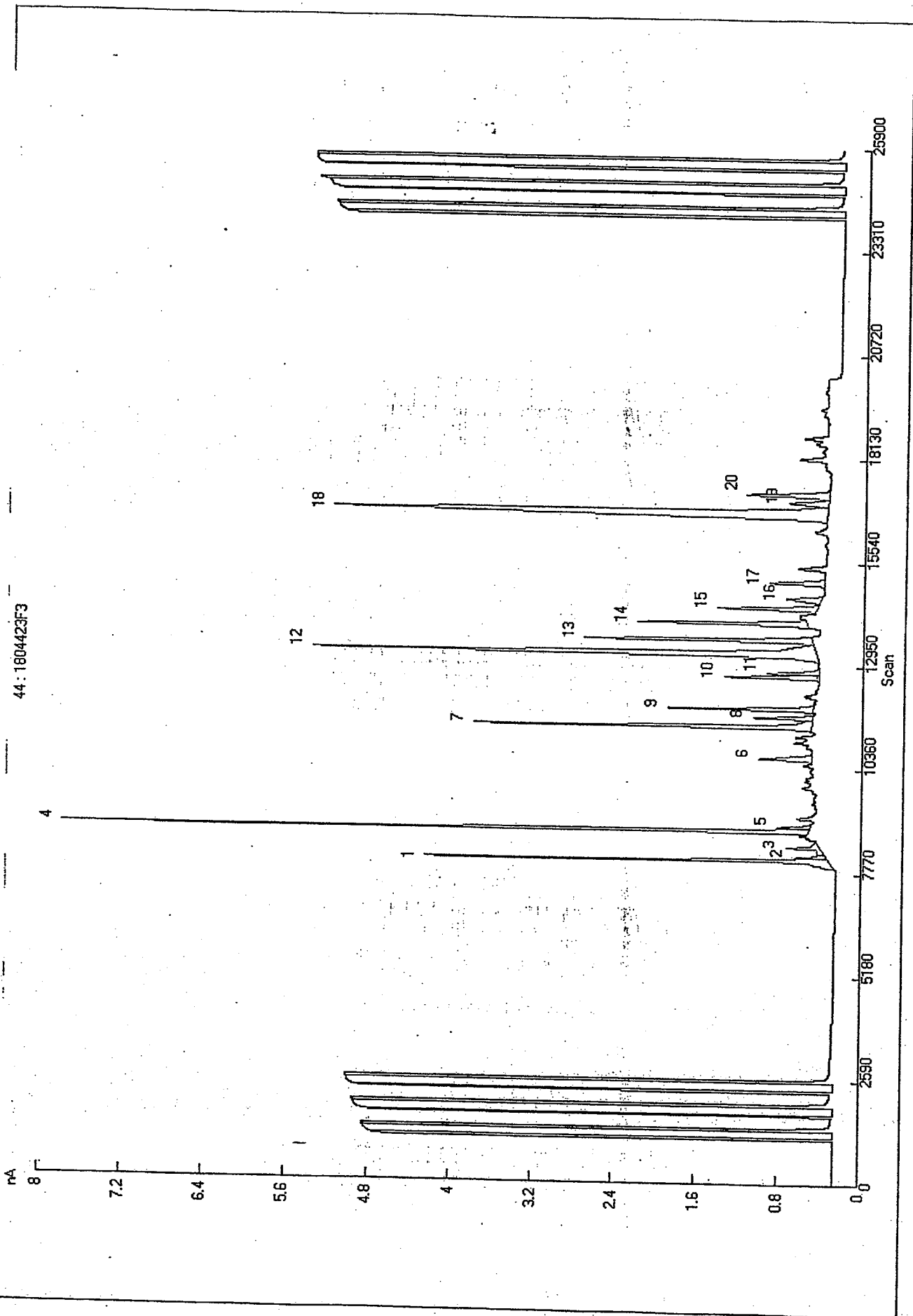
Mean: 1.1679E-02    3.8081E-03  
 Std Dev of fit (%): 0.03            0.40

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	810.1	7.96	3.5424E-08	1.1794E-02	9.72	-25.34	3.6991E-03	-28.37	-47.85	-18.47
2	841.8	0.31	1.2351E-09	1.1838E-02	13.54	-21.39	3.6968E-03	-28.99	-48.46	-19.10
3	883.0	0.37	3.3993E-08	1.1732E-02	4.48	-30.73	3.6987E-03	-28.52	-47.98	-18.60
4	1062.8	0.56	5.0820E-09	1.1761E-02	6.98	-28.15	3.6982E-03	-28.72	-48.19	-18.82
5	1141.5	0.41	2.7560E-09	1.1800E-02	10.31	-24.68	3.6939E-03	-29.89	-49.35	-20.01
6	1165.6	0.79	4.9455E-09	1.1791E-02	9.53	-25.52	3.6981E-03	-28.80	-48.27	-18.90
7	1186.3	1.11	7.1184E-09	1.1738E-02	5.02	-30.16	3.6988E-03	-29.14	-48.59	-19.23
8	1271.3	3.48	2.8595E-08	1.1762E-02	7.10	-28.03	3.6984E-03	-28.77	-48.24	-18.87
9	1333.7	0.33	1.0329E-07	1.1768E-02	7.58	-27.54	3.6993E-03	-28.56	-48.04	-18.66
10	1368.0	0.27	2.0942E-08	1.1763E-02	7.18	-27.59	3.6983E-03	-28.84	-48.31	-18.94
11	1405.7	2.51	2.0683E-08	1.1769E-02	7.71	-27.39	3.6978E-03	-29.00	-48.46	-19.10
12	1439.6	0.31	2.1741E-09	1.1774E-02	8.11	-26.95	3.6952E-03	-29.70	-49.15	-19.81
13	1504.5	0.45	4.2416E-09	1.1785E-02	9.11	-26.94	3.6963E-03	-29.44	-48.90	-19.55
14	1633.1	0.24	6.6495E-08	1.1778E-02	8.45	-26.63	3.6982E-03	-29.02	-48.49	-19.12
15	1725.1	0.73	6.9419E-09	1.1794E-02	9.84	-25.18	3.6984E-03	-29.51	-48.97	-19.63

65

44:180423F3



61



# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1804423F3.raw	Acquisition Date: 18/4/07 19:30
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 1804.spl	Injection Volume: 30
Line: 16	Bottle:
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB.251
Sample ID:	Run index:
Description: A 825423 F3/30uL	

Reference standard					Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None
Gas: CO2      Uncalibrated CO2					
Ratio type: Elemental					
Deconvolution: Cralg					
Elemental delta		Molecular delta			
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:	
Ratio 1: 13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB	
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB	

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.56	127.3	1.1679E-02	3.8083E-03
2	4.66	187.1	1.1679E-02	3.8093E-03
3	4.74	247.1	1.1679E-02	3.8086E-03
24	4.94	2427.7	1.1679E-02	3.8086E-03
25	5.03	2487.6	1.1679E-02	3.8111E-03
28	5.17	2547.6	1.1679E-02	3.8121E-03

Mean: 1.1679E-02    3.8097E-03  
 Std Dev of fit (%): 0.02    0.34

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta18O w.r.t. SMOW
1	809.4	3.96	2.0446E-08	1.1804E-02	10.70	-24.31	3.6991E-03	-28.91	-48.39	-19.02
2	817.4	0.33	2.0532E-09	1.1750E-02	6.10	-29.13	3.7070E-03	-26.83	-46.34	-16.91
3	842.2	0.34	2.9485E-09	1.1782E-02	8.84	-26.25	3.7008E-03	-28.46	-47.94	-18.56
4	843.3	0.32	3.5892E-08	1.1732E-02	4.54	-30.67	3.7008E-03	-28.47	-47.94	-18.56
5	894.0	0.52	1.7989E-09	1.1754E-02	6.44	-28.75	3.7048E-03	-27.44	-46.93	-17.52
6	1063.4	3.30	4.5818E-09	1.1780E-02	8.60	-26.47	3.6982E-03	-29.19	-48.66	-19.29
7	1144.4	0.58	2.2076E-08	1.1788E-02	9.28	-25.78	3.7000E-03	-28.74	-48.22	-18.85
8	1166.6	1.41	3.7708E-09	1.1859E-02	15.44	-19.43	3.7000E-03	-28.76	-48.25	-18.87
9	1188.5	0.93	9.3160E-09	1.1782E-02	8.84	-26.23	3.6998E-03	-28.80	-48.27	-18.90
10	1288.9	0.93	6.6592E-09	1.1768E-02	7.83	-27.46	3.6978E-03	-29.08	-48.27	-19.46
11	1278.7	0.52	3.8710E-09	1.1792E-02	9.66	-25.38	3.6988E-03	-29.36	-48.82	-19.46
12	1329.7	0.97	5.0223E-08	1.1784E-02	9.02	-28.06	3.7005E-03	-29.08	-48.55	-19.18
13	1361.9	0.82	1.6336E-08	1.1780E-02	8.68	-26.74	3.6989E-03	-28.64	-48.12	-18.74
14	1404.0	1.65	1.2569E-08	1.1781E-02	8.71	-26.35	3.6982E-03	-29.09	-48.55	-19.19
15	1441.1	0.87	7.5452E-09	1.1739E-02	5.13	-30.04	3.6977E-03	-29.27	-48.74	-19.38
16	1465.1	0.35	3.4532E-09	1.1788E-02	9.16	-25.88	3.6968E-03	-29.40	-48.85	-19.50
17	1505.0	0.54	4.6672E-09	1.1824E-02	12.37	-22.55	3.6953E-03	-29.70	-49.15	-19.81
18	1683.7	0.82	6.8595E-08	1.1797E-02	10.08	-24.95	3.6994E-03	-30.04	-49.50	-20.16
19	1705.3	0.39	3.8569E-09	1.1820E-02	12.05	-22.90	3.6975E-03	-29.02	-48.50	-19.13
20	1725.6	0.81	7.9879E-09	1.1806E-02	10.87	-24.11	3.6973E-03	-29.52	-48.98	-19.63
								-29.58	-49.04	-19.69

67

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-CC-10 Version : C Date : 09/05/2006 1/2
<b>VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CONFIRMATION CG/C/IRMS</b>		

Numéro d'échantillon : ..... A 993855 ..... A 82543

Numéro d'identification de l'appareil : ..... IsoPrime 2

Instruction de confirmation : ..... I-CONF 31

**1. Tune**

Spécification : plateau du peak Centre  $\geq 10$  V

Tune conforme :            oui             non

**2. Stabilité de l'instrument**

Spécification: écart mesuré entre valeur maximale et valeur minimale du ratio 2/1  $\leq 0.5$  %

Stabilité conforme :            oui             non

**3. Précision de l'instrument**

Code de la solution Mix Cal IRMS: ..... 005

**Valeurs obtenues (%) pour 3 injections:**

	Décane	Undécane	Dodécane	Méthyldécanoate
Moyenne	-32,75	-28,14	-32,01	-31,09
Ecart-type	0,09	0,07	0,07	0,19

Spécification: écart-type d'au moins 3 alcanes  $\leq 0.5$  %

Précision conforme :            oui             non

68

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-CC-10 Version : C Date : 09/05/2006 2/2
<b>VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CONFIRMATION CG/C/IRMS</b>		

**4. Calibration de l'instrument**

Code de la solution Mix'Cal Acétate:.....0016.....

**Valeurs obtenues (%):**

	5a Androstanol AC	Etiocolanolone AC	5b Androstanediol diAC	11 Kétoetiocolanolone AC
1804 Mix'Cal Acétate 01	-30,68	-19,92	-33,56	-16,25
1804 Mix'Cal Acétate 02	-31,29	-20,23	-33,77	-16,25

**Intervalle de valeurs acceptables:**

	5a Androstanol AC	Etiocolanolone AC	5b Androstanediol diAC	11 Kétoetiocolanolone AC
Valeurs théoriques	-30.46	-19.91	-33.81	-16.30
Valeurs théoriques + 0.5%	-29.96	-19.41	-33.31	-15.80
Valeurs théoriques - 0.5%	-30.96	-20.41	-34.31	-16.80



Résultats conformes :    oui     non

**Résultats : CONFORME / NON CONFORME**

Rayer la mention inutile

Observations:

**Validation**

Opérateur		Responsable	
Date	Code et Visa	Date	Code et Visa
19/04/07	49 	19/04/07	10 

*Cet enregistrement est à transmettre au responsable du secteur confirmation concerné puis à archiver vivant dans le dossier matériel de l'appareil concerné dans la section correspondante.*

18/04/2007

Peak Center

ISOprime - Peak Display

File

3662.233 3670.1 3678.124

1.00e0 58.38

Peak Centre Results

Peak Centre - 18/4/18/07 09:03:40  
 Centre 3662.233 Change 0.0000  
 Beam 5712466-111 A  
 Focus 11.537  
 Resolution 124.2  
 Abundance relatively 555 pt/m of Focus

Accept Peak Limit:

Run Peak Centre



Major

Minor2

Minor1

AV out

FID

-14.31

# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1804stabilite1.raw	Acquisition Date: 18/07/07
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 1804.spl	Injection Volume: 0
Line: 1	Bottle: 1
MS file: Co2 stab	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: Do Nothing	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: test de stabilite	

Reference standard				Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)				Equilibrium correction: None	
Gas: CO2      Uncalibrated CO2					
Ratio type: Elemental					
Deconvolution: Craig					
Elemental delta					
Label:	Value:	Molecular delta	Label:	Value:	wrt:
Ratio 1: 13C	-38.3	delta 45	delta 45	-34.83	PDB
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	delta 46	-20.06	PDB

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	3.99	36.6	1.1682E-02	3.8095E-03
2	4.01	96.4	1.1682E-02	3.8096E-03
3	4.03	156.4	1.1682E-02	3.8096E-03
4	4.05	216.5	1.1682E-02	3.8093E-03
5	4.09	276.5	1.1682E-02	3.8068E-03
6	4.12	336.5	1.1682E-02	3.8082E-03
7	4.19	396.6	1.1682E-02	3.8080E-03
8	4.23	456.6	1.1682E-02	3.8074E-03
9	4.24	516.6	1.1681E-02	3.8077E-03
10	4.24	576.7	1.1681E-02	3.8076E-03

Mean: 1.1682E-02    3.8086E-03  
 Std Dev of fit (%): 0.02    0.09

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW

71

# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1804stabilite2.raw	Acquisition Date: 18/4/07 9:18
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 1804.spl	Injection Volume: 0
Line: 2	Bottle: 1
MS file: Co2 stab	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: Do Nothing	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: test de stabilite	

<b>Reference standard</b>					<b>Corrections</b>	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None	
Gas: CO2      Uncalibrated CO2						
Ratio type: Elemental						
Deconvolution: Craig						
Elemental delta						
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:		
Ratio 1: 13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB		
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB		

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.25	36.8	1.1681E-02	3.8081E-03
2	4.28	96.7	1.1681E-02	3.8082E-03
3	4.28	156.8	1.1681E-02	3.8084E-03
4	4.30	216.8	1.1681E-02	3.8084E-03
5	4.33	276.8	1.1681E-02	3.8083E-03
6	4.36	336.9	1.1681E-02	3.8082E-03
7	4.39	396.9	1.1681E-02	3.8082E-03
8	4.43	456.9	1.1681E-02	3.8081E-03
9	4.46	517.0	1.1681E-02	3.8082E-03
10	4.50	577.0	1.1681E-02	3.8081E-03

Mean: 1.1681E-02    3.8082E-03  
 Std Dev of fit (%): 0.01    0.03

### Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW

72



<b>LNDD</b>	<b>MODE OPÉRATOIRE</b>	Codification : M-AN-38B Version : A Date :25/01/2006 1 / 2
<b>ANALYSE DU MIX ALCANE POUR LE CONTRÔLE DE ISOPRIME 2</b>		

**Appareil concerné: Isoprime 2**

**COLONNE :**  
 Type : DB17-MS JW Scien 122.4732  
 Longueur : 30 m  
 Diamètre interne : 0,25 mm  
 Epaisseur du film : 0,25 µm

**INJECTION :**  
 Mode : Split Ratio: 120:30  
 Température : 280 °C  
 Volume injecté : 2 µl  
 ASSURANCE QUALITÉ LNDD  
*AB*  
*le 12/04/06*

**CONDITION GC :**  
 Température initiale : 100°C pendant 4 min  
 Gradient de température: 100°C->150°C à 15°C/min  
 150°C->200°C à 30°C/min  
 Température finale : 200 °C pendant 1 min  
 Pression He constante : tr Décane environ 190 s

**INTERFACE :**  
 Piège à eau: -100°C  
 Four à combustion : 850°C  
 Ligne de transfert : 350°C

**CONDITIONS MS :**  
 Mode d'acquisition: SIM sur les ions 44, 45 et 46  
 Programmation de l'acquisition: Temps d'acquisition total: 840s  
 à 20s RG open  
 à 50s RG close  
 à 80s RG open  
 à 110s RG close  
 à 160 HS close  
 à 600s HS open  
 à 720s RG open  
 à 750s RG close  
 à 780s RG open  
 à 810s RG open  
 Délai avant fin de l'acquisition: 30s

**CONFIDENTIEL**

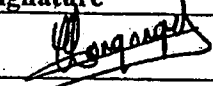

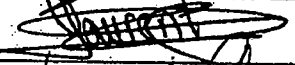

APPLICABLE le

25 JAN. 2006

74



LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN-38B Version : A Date : 25/01/2006 2 / 2
ANALYSE DU MIX ALCANE POUR LE CONTRÔLE DE ISOPRIME 2		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	13/01/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	25/01/2006	
vérifié par	Aurélien LAURENT	25/01/2006	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	25/01/2006	P/O 

**EVOLUTIONS**

N° Version	Motif	Date
A	Création du document.	25/01/2006

**CONFIDENTIEL**

# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1804MixCalIRMS01.raw	Acquisition Date: 18/4/07 9:50
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 1804.spl	Injection Volume: 10
Line: 4	Bottle: 1
MS file: M-AN38B	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN38b	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run index:
Description: test de performance Mix Cal IRMS 005	

Reference standard					Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None	
Gas: CO2      Uncalibrated CO2						
Ratio type: Elemental						
Deconvolution: Craig						
Elemental delta						
Label:	Value:	Molecular delta	Label:	Value:	wrt:	
Ratio 1: 13C	-36.3	delta 45	delta 45	-34.63	PDB	
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	delta 46	-20.06	PDB	

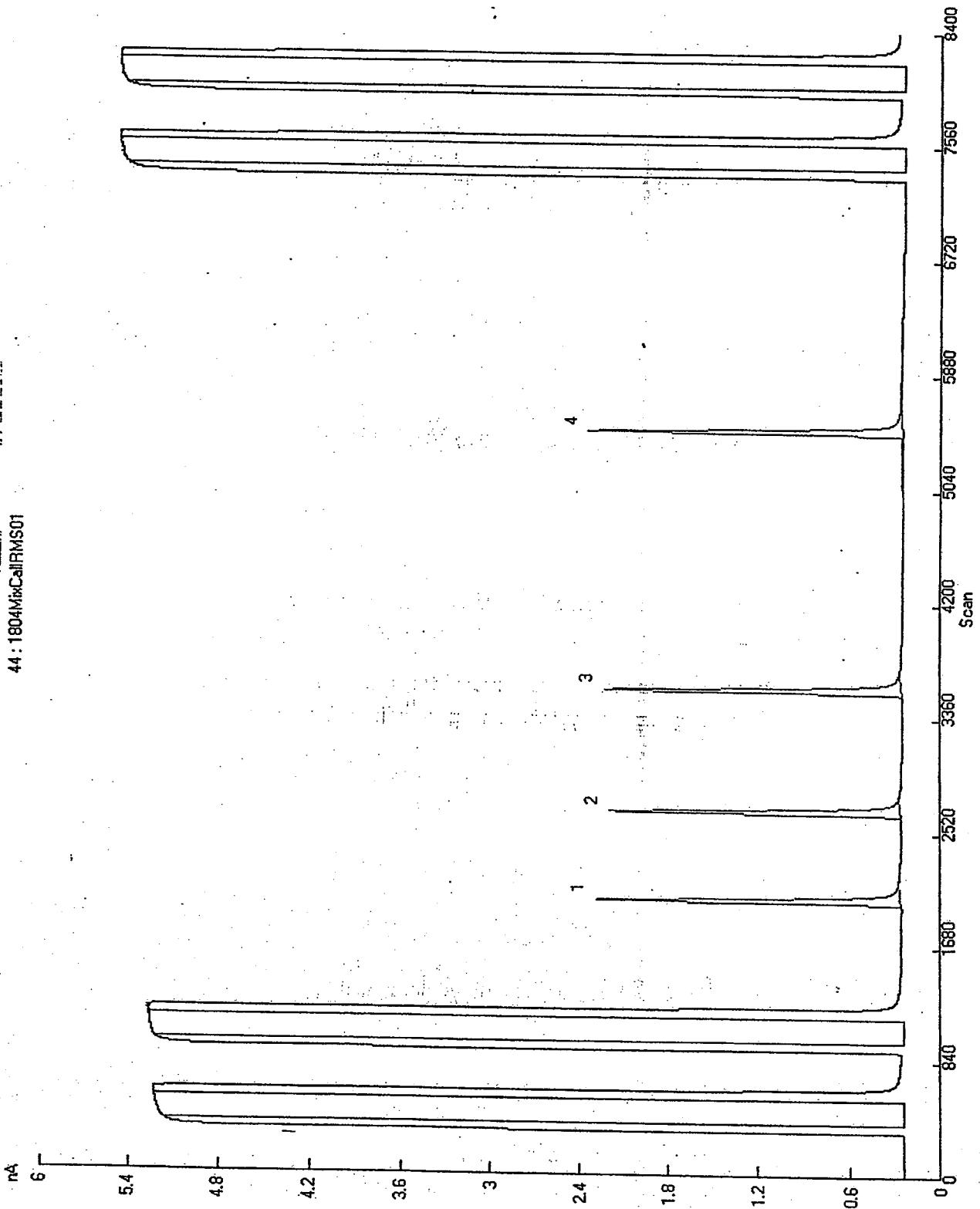
Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.98	47.7	1.1680E-02	3.8106E-03
2	5.01	107.5	1.1680E-02	3.8110E-03
7	5.22	747.9	1.1680E-02	3.8104E-03
8	5.23	807.7	1.1680E-02	3.8110E-03

Mean: 1.1680E-02    3.8108E-03  
 Std Dev of fit (%): 0.01    0.09

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	202.4	2.03	6.7933E-09	1.1709E-02	2.48	-32.77	3.6993E-03	-29.27	-48.72	-19.36
2	267.8	1.94	6.8158E-09	1.1762E-02	7.04	-28.06	3.6983E-03	-29.53	-48.99	-19.64
3	357.2	1.88	6.7761E-09	1.1718E-02	3.22	-32.00	3.6977E-03	-28.68	-49.13	-19.78
4	547.4	2.09	7.0786E-09	1.1730E-02	4.23	-30.95	3.6975E-03	-29.72	-49.16	-19.82

44 : 1804MixCallRMS01



77

# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1804MixCalIRMS02.raw  
 Project: controle2007.PRO  
 Sample list: 1804.spl  
 Line: 5  
 MS file: M-AN38B  
 Inlet: GC-combustion  
 Inlet file: M-AN38b  
 Sample ID:  
 Description: test de performance Mix Cal IRMS 005

Acquisition Date: 18/4/07 10:06  
 Weight: 0.00  
 Injection Volume: 10  
 Bottle: 1  
 Type:  
 Standard:  
 Slot Number: JB 251  
 Run Index:

Reference standard					Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None	
Gas: CO2      Uncalibrated CO2						
Ratio type: Elemental						
Deconvolution: Craig						
Elemental delta					Molecular delta	
Label:	Value:		Label:	Value:	wrt:	
Ratio 1: 13C	-36.3		delta 45	-34.63	PDB	
Ratio 2: 18O	-20		delta 46	-20.06	PDB	

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	5.21	47.9	1.1681E-02	3.8099E-03
2	5.22	107.8	1.1681E-02	3.8093E-03
7	5.33	748.0	1.1681E-02	3.8102E-03
8	5.34	807.8	1.1681E-02	3.8106E-03

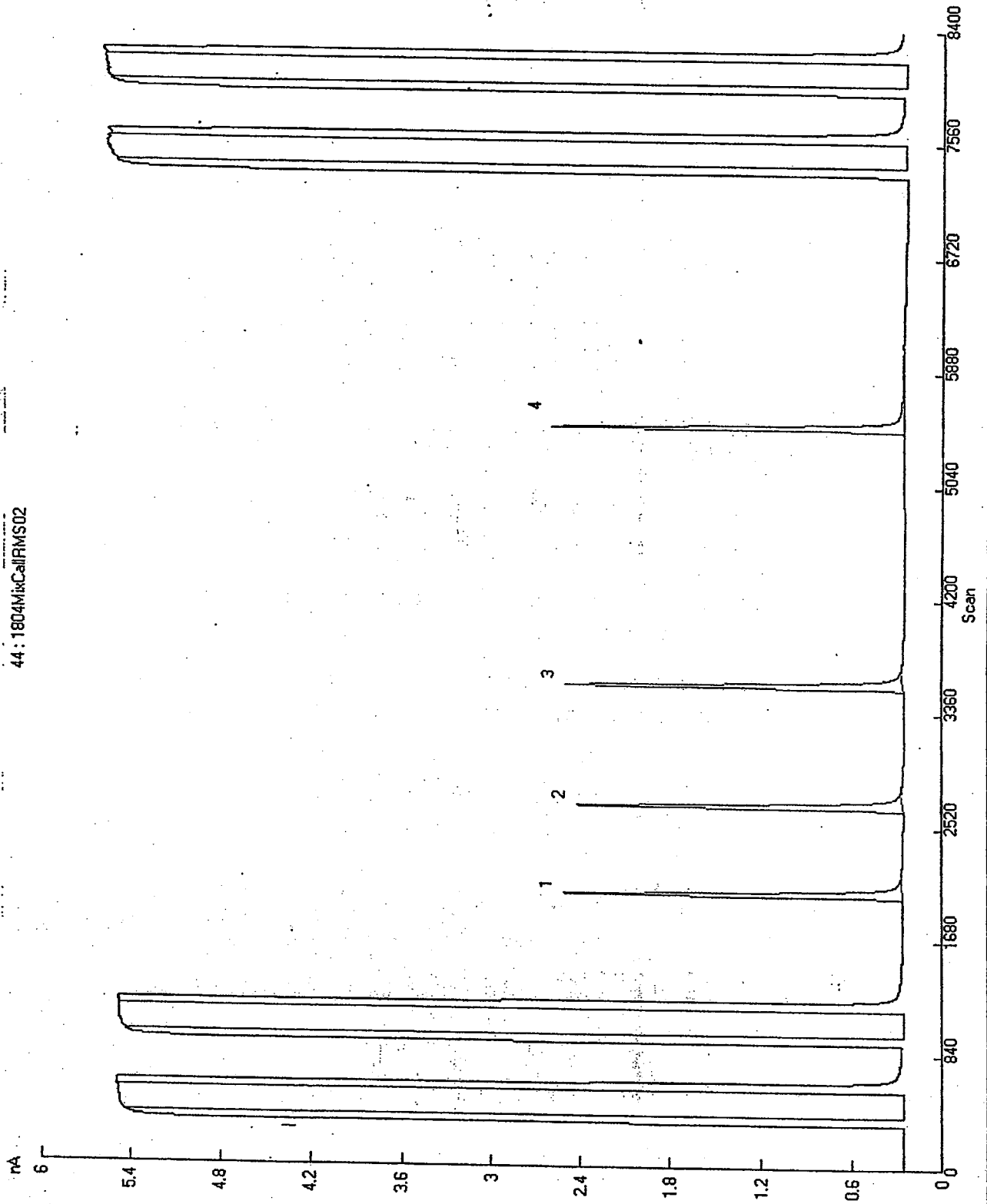
Mean: 1.1681E-02    3.8100E-03  
 Std Dev of fit (%): 0.01    0.10

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta18O w.r.t. SMOW
1	202.5	2.25	7.3919E-09	1.1709E-02	2.42	-32.83	3.6980E-03	-29.32	-48.77	-19.42
2	267.7	2.17	7.3574E-09	1.1762E-02	6.95	-28.16	3.6970E-03	-29.60	-49.06	-19.71
3	357.0	2.25	7.6244E-09	1.1719E-02	3.26	-31.95	3.6959E-03	-29.93	-49.36	-20.03
4	547.4	2.35	7.9488E-09	1.1730E-02	4.17	-31.01	3.6958E-03	-30.00	-49.44	-20.10

78

44: 1804MxCallRMS02



7a

# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1804MixCallRMS03.raw	Acquisition Date: 18/4/07 10:22
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 1804.spl	Injection Volume: 10
Line: 6	Bottle: 1
MS file: M-AN38B	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN38b	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: test de performance Mix Cal IRMS 005	

Reference standard					Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None	
Gas: CO2 Uncalibrated CO2						
Ratio type: Elemental						
Deconvolution: Craig						
Elemental delta						
Label:	Value:	Molecular delta	Label:	Value:	wrt:	
Ratio 1: 13C	-36.3	delta 45	delta 45	-34.63	PDB	
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	delta 46	-20.06	PDB	

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	5.35	48.0	1.1681E-02	3.8093E-03
2	5.33	107.9	1.1681E-02	3.8089E-03
7	5.29	748.1	1.1682E-02	3.8103E-03
8	5.35	807.9	1.1682E-02	3.8101E-03

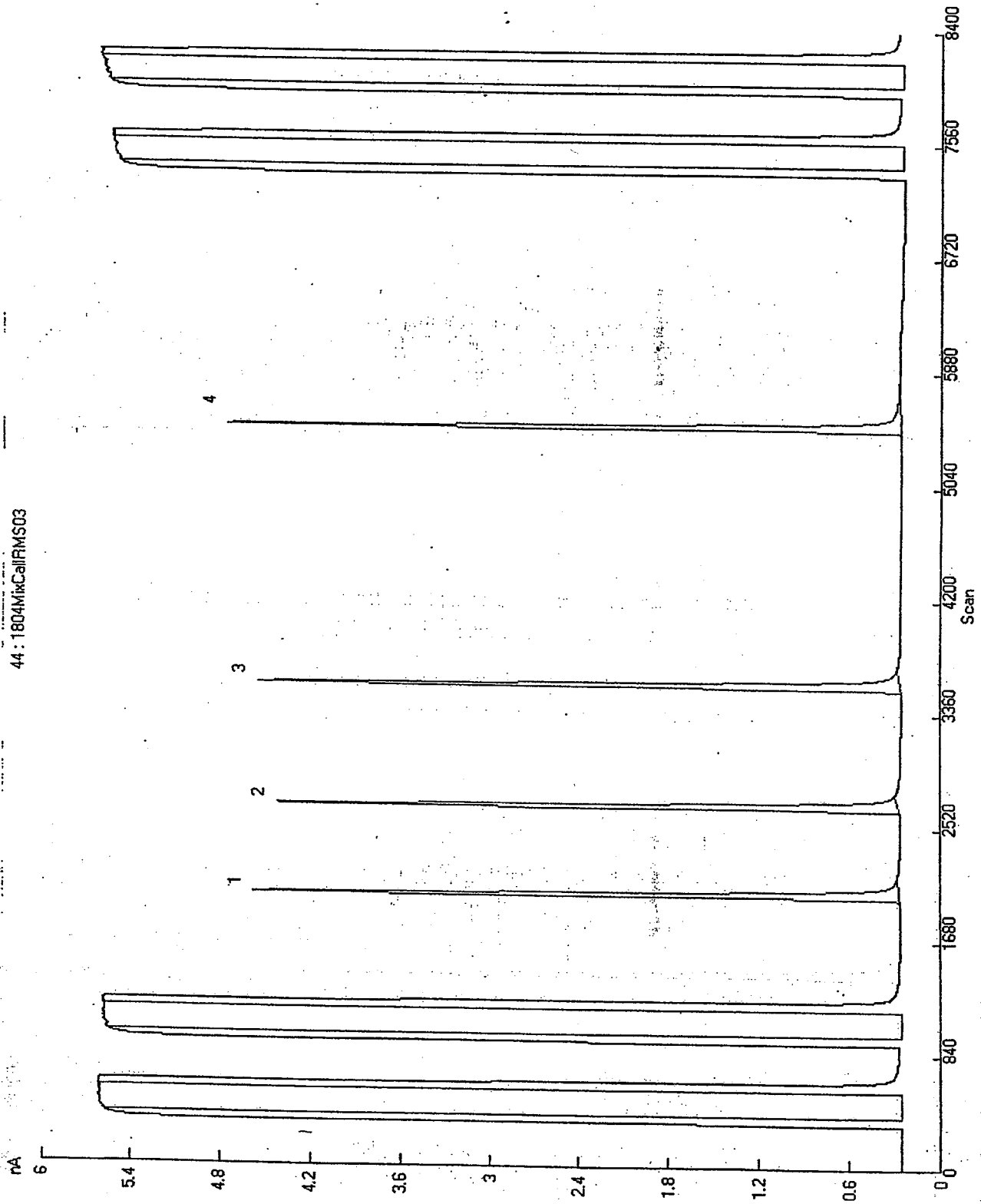
Mean: 1.1681E-02 3.8097E-03  
 Std Dev of fit (%): 0.01 0.08

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	202.2	4.31	1.3585E-08	1.1711E-02	2.58	-32.66	3.6975E-03	-29.36	-48.81	-19.45
2	287.6	4.15	1.3693E-08	1.1762E-02	6.91	-28.20	3.6973E-03	-29.44	-48.89	-19.54
3	357.2	4.29	1.4511E-08	1.1718E-02	3.14	-32.09	3.6965E-03	-29.67	-49.11	-19.77
4	547.5	4.50	1.4634E-08	1.1727E-02	3.90	-31.31	3.6975E-03	-29.49	-48.94	-19.59

80

44: 1804MixCalIRMS03



# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1804MxCalAcetate01.raw	Acquisition Date: 18/4/07 10:38
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 1804.spl	Injection Volume: 10
Line: 7	Bottle: 2
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: Calibration Mix Cal Acetate 001C	

Reference standard					Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None	
Gas: CO2      Uncalibrated CO2						
Ratio type: Elemental						
Deconvolution: Craig						
Elemental delta						
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:		
Ratio 1: 13C	-38.3	delta 45	-34.63	PDB		
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB		

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	5.42	128.0	1.1681E-02	3.8100E-03
2	5.41	187.9	1.1681E-02	3.8093E-03
3	5.38	247.9	1.1681E-02	3.8088E-03
8	4.79	2427.5	1.1680E-02	3.8102E-03
9	4.83	2487.5	1.1680E-02	3.8108E-03
10	4.96	2547.5	1.1660E-02	3.8110E-03

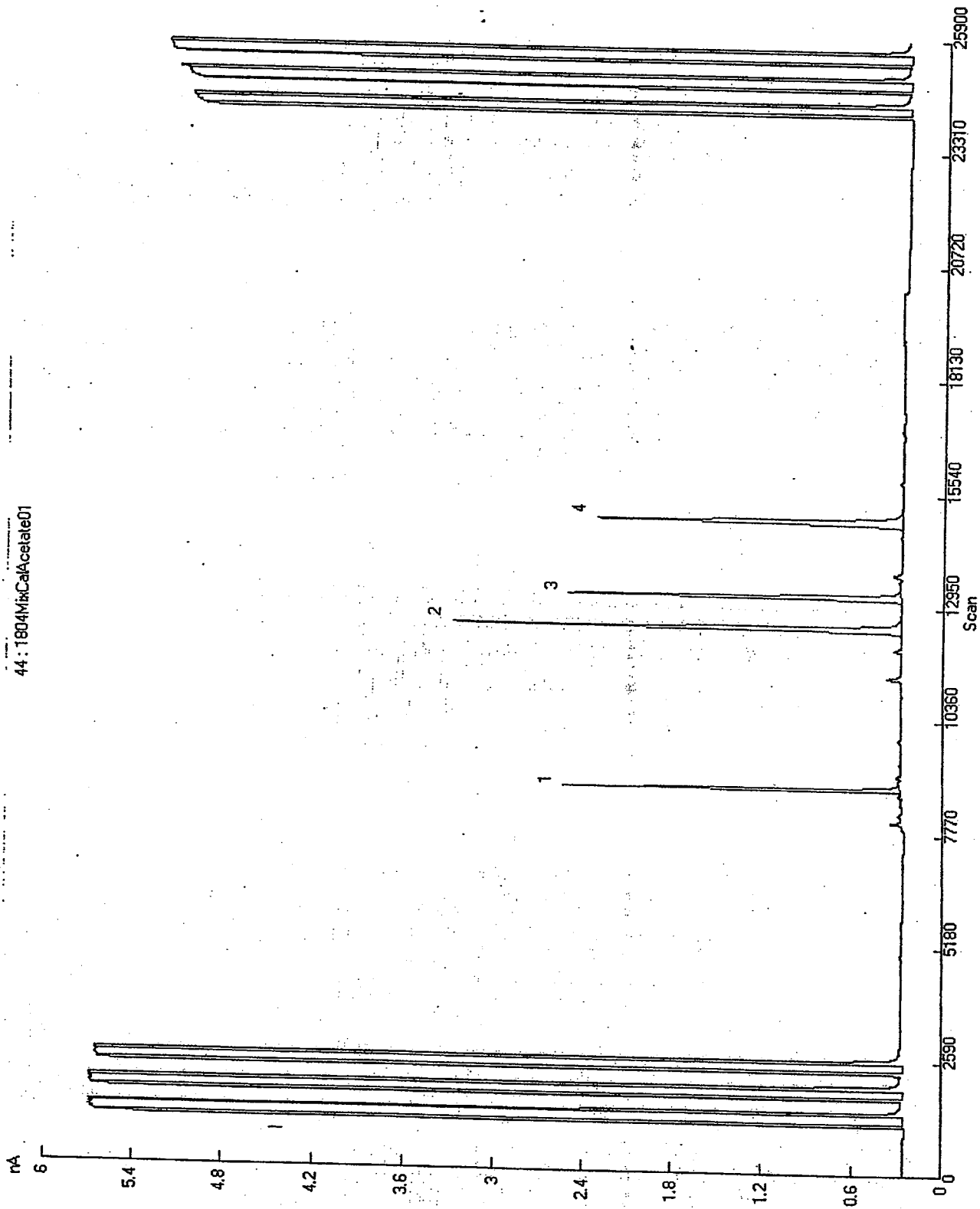
Mean: 1.1681E-02    3.8100E-03  
 Std Dev of fit (%): 0.01    0.14

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	881.0	2.26	1.0871E-08	1.1733E-02	4.51	-30.68	3.6883E-03	-29.26	-48.71	-19.35
2	1249.0	3.01	2.2808E-08	1.1855E-02	14.94	-19.92	3.6968E-03	-29.71	-49.18	-19.83
3	1321.6	2.23	1.6417E-08	1.1700E-02	1.70	-33.56	3.6966E-03	-29.76	-49.20	-19.86
4	1494.6	2.06	1.9316E-08	1.1897E-02	18.51	-16.25	3.6860E-03	-29.41	-48.90	-19.54



44 : 1804MixCalAcetate01



83

# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1804MixCalAcetate02.raw	Acquisition Date: 18/4/07 23:10
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 1804.spl	Injection Volume: 10
Line: 21	Bottle: 2
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: Calibration Mix Cal Acetate 001C	

Reference standard					Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None
Gas: CO2 Uncalibrated CO2					
Ratio type: Elemental					
Deconvolution: Craig					
Elemental delta		Molecular delta			
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:	
Ratio 1: 13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB	
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB	

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 46/44	Ratio 46/44
1	5.28	127.9	1.1680E-02	3.8103E-03
2	5.33	187.8	1.1680E-02	3.8095E-03
3	5.38	247.8	1.1680E-02	3.8086E-03
8	4.97	2427.7	1.1680E-02	3.8098E-03
9	5.02	2487.6	1.1680E-02	3.8111E-03
10	5.14	2547.7	1.1680E-02	3.8111E-03

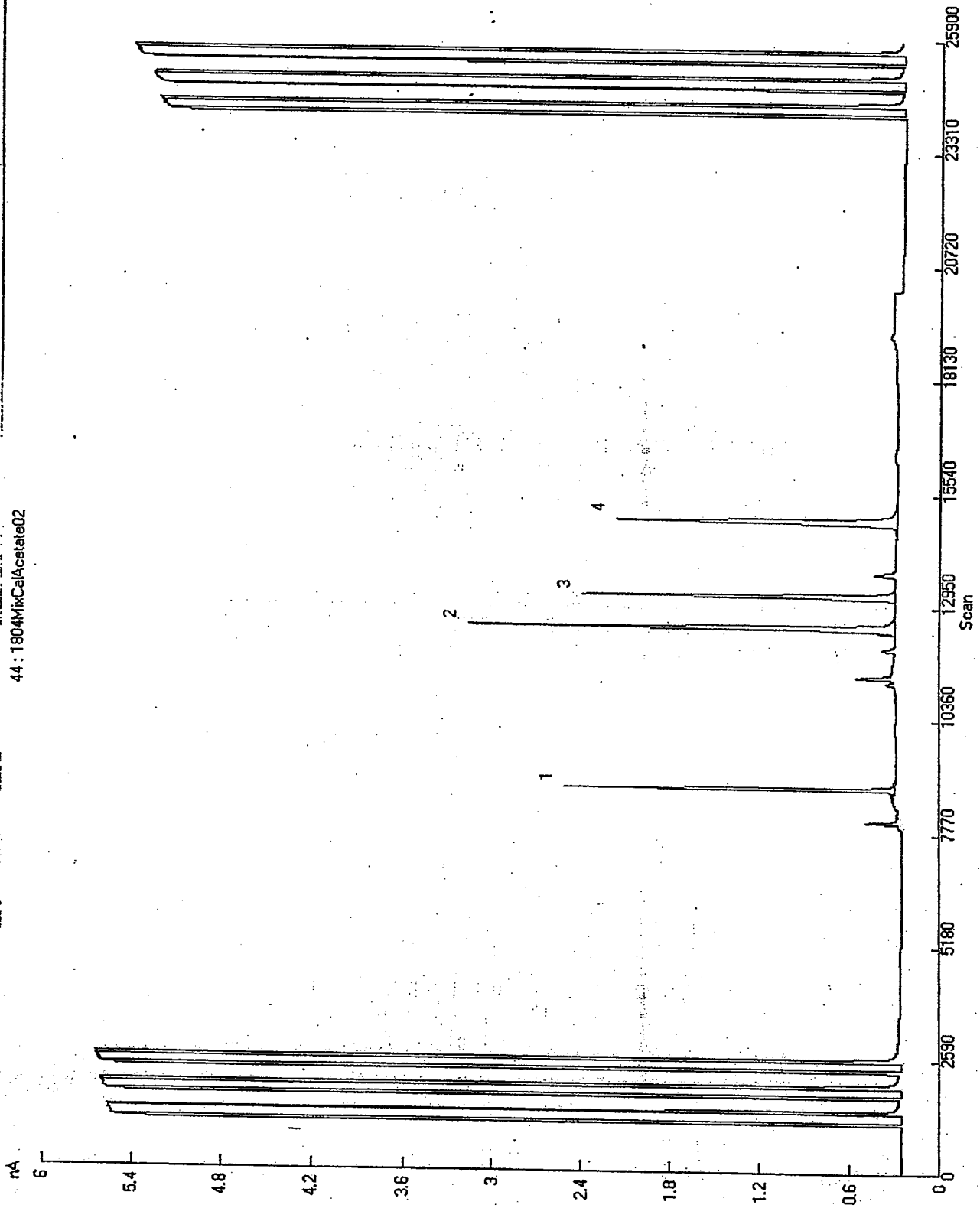
Mean: 1.1680E-02 3.8101E-03  
 Std Dev of fit (%): 0.01 0.21

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta18O w.r.t. SMOW
1	880.6	2.22	1.0665E-08	1.1726E-02	3.92	-31.29	3.6988E-03	-29.19	-48.64	-19.29
2	1249.1	2.87	2.1998E-08	1.1851E-02	14.68	-20.23	3.6991E-03	-29.10	-48.68	-19.22
3	1321.7	2.11	1.5542E-08	1.1698E-02	1.51	-33.77	3.6983E-03	-29.32	-48.76	-19.41
4	1494.5	1.88	1.8386E-08	1.1896E-02	18.51	-16.25	3.6981E-03	-29.40	-48.88	-19.52

84

44: 1804MixCalAcetate02



85

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-FCR-06 Version : F Date : 20/09/2006 Page : 1/2
<b>FICHE D'ANALYSE / RESULTATS GC/C/IRMS</b>		

Echantillon :  Instrument : GC/C/IRMS Isoprime 2  
 Répertoire :  CO et paraphe :

Valeur isotopique du réactif de dérivation :

COPIE CERTIFIÉE  
CONFORME DES DONNÉES  
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

**Fraction F1 (métabolites de la cortisone et du cortisol)**

	Blanc urinaire		Echantillon	
	SI	11 Kétoétio	SI	11 Kétoétio
Nom du fichier	1804Blu2F1	1804Blu2F1	1804423F1	1804423F1
tr (s)	881	1501	881	1504
trr	-	1,703	-	1,707
Intensité (nA)	3,1	4,0	3,5	4,8
$\delta^{13}\text{C}$ ‰ mesurée	-30,76	-24,80	-30,69	-22,62
$\delta^{13}\text{C}$ ‰ corrigée	-	-21,86	-	-19,45

**Fraction F2 (Kétos)**

	Blanc urinaire			Echantillon		
	SI	Etio	Andro	SI	Etio	Andro
Nom du fichier	1804Blu2F2	1804Blu2F2	1804Blu2F2	1804423F2	1804423F2	1804423F2
tr (s)	881	1251	1278	881	1253	1281
trr	-	1,420	1,451	-	1,422	1,454
Intensité (nA)	2,7	3,6	4,3	3,6	5,0	6,2
$\delta^{13}\text{C}$ ‰ mesurée	-30,38	-25,52	-24,70	-30,61	-23,44	-22,54
$\delta^{13}\text{C}$ ‰ corrigée	-	-22,66	-21,75	-	-20,36	-19,37

**Fraction F3 (Diols)**

	Blanc urinaire			
	SI	5 $\beta$ Adiol	5 $\alpha$ Adiol	5 $\beta$ Pdiol
Nom du fichier	1804Blu2F3	1804Blu2F3	1804Blu2F3	1804Blu2F3
tr (s)	883	1335	1364	1683
trr	-	1,512	1,545	1,906
Intensité (nA)	7,1	8,3	2,8	4,9
$\delta^{13}\text{C}$ ‰ mesurée	-30,73	-27,54	-27,94	-26,63
$\delta^{13}\text{C}$ ‰ corrigée	-	-22,25	-22,73	-21,67

	Echantillon			
	SI	5 $\beta$ Adiol	5 $\alpha$ Adiol	5 $\beta$ Pdiol
Nom du fichier	1804423F3	1804423F3	1804423F3	1804423F3
tr (s)	883	1329	1362	1683
trr	-	1,505	1,542	1,906
Intensité (nA)	7,3	4,9	2,2	4,8
$\delta^{13}\text{C}$ ‰ mesurée	-30,67	-26,06	-26,41	-24,95
$\delta^{13}\text{C}$ ‰ corrigée	-	-20,45	-20,88	-19,67

86

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-FCR-06
		Version : F
		Date : 20/09/2006
		Page : 2/2
<b>FICHE D'ANALYSE / RESULTATS GC/C/IRMS</b>		

	valeur de référence d'une population témoin		Echantillon dans les normes	
	$\delta^{13}\text{C} \text{‰}$ haute	$\delta^{13}\text{C} \text{‰}$ basse	oui	non
11 Kétoétio	-17,58	-26,27	✓	
Etio	-19,56	-26,10	✓	
Andro	-18,43	-25,02	✓	
5 $\beta$ Adiol	-18,55	-26,97	✓	
5 $\alpha$ Adiol	-18,59	-27,40	✓	
5 $\beta$ Pdiol	-18,25	-25,55	✓	

	Blu	Echantillon		
	$\Delta \text{‰}$	$\Delta \text{‰} + 0,8 \text{‰}$	$\Delta \text{‰}$	$\Delta \text{‰} - 0,8 \text{‰}$
Etio - 11 Kétoétio	-0,80	-0,11	-0,91	-1,71
Andro - 11 Kétoétio	0,11	0,89	0,09	-0,71
5 $\beta$ Adiol - 5 $\beta$ Pdiol	-0,58	0,01	-0,79	-1,59
5 $\alpha$ Adiol - 5 $\beta$ Pdiol	-1,06	-0,41	-1,21	-2,01

Seuil de positivité de l'AMA:  $\delta^{13}\text{C} \text{‰}(\text{métabolite}) - \delta^{13}\text{C} \text{‰}(\text{composé endogène de référence}) > 3 \text{‰}$   
 $\delta^{13}\text{C}$  du composé  $< -28 \text{‰}$

Variation maximale admissible liée à la méthode: +/- 0,8‰

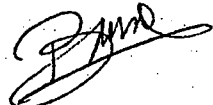
COPIE CERTIFIÉE  
CONFORME DES DONNÉES  
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

**Conclusion**

L'analyse de l'échantillon par spectrométrie de masse de rapport isotopique (EC31) n'indique pas une prise de Testostérone ou de l'un de ses précurseurs sur la base de l'absence d'appauvrissement isotopique significatif des métabolites cétoniques et diols de la Testostérone.

Partie à remplir par le responsable

Date et Paraphe du responsable: 19/04/07

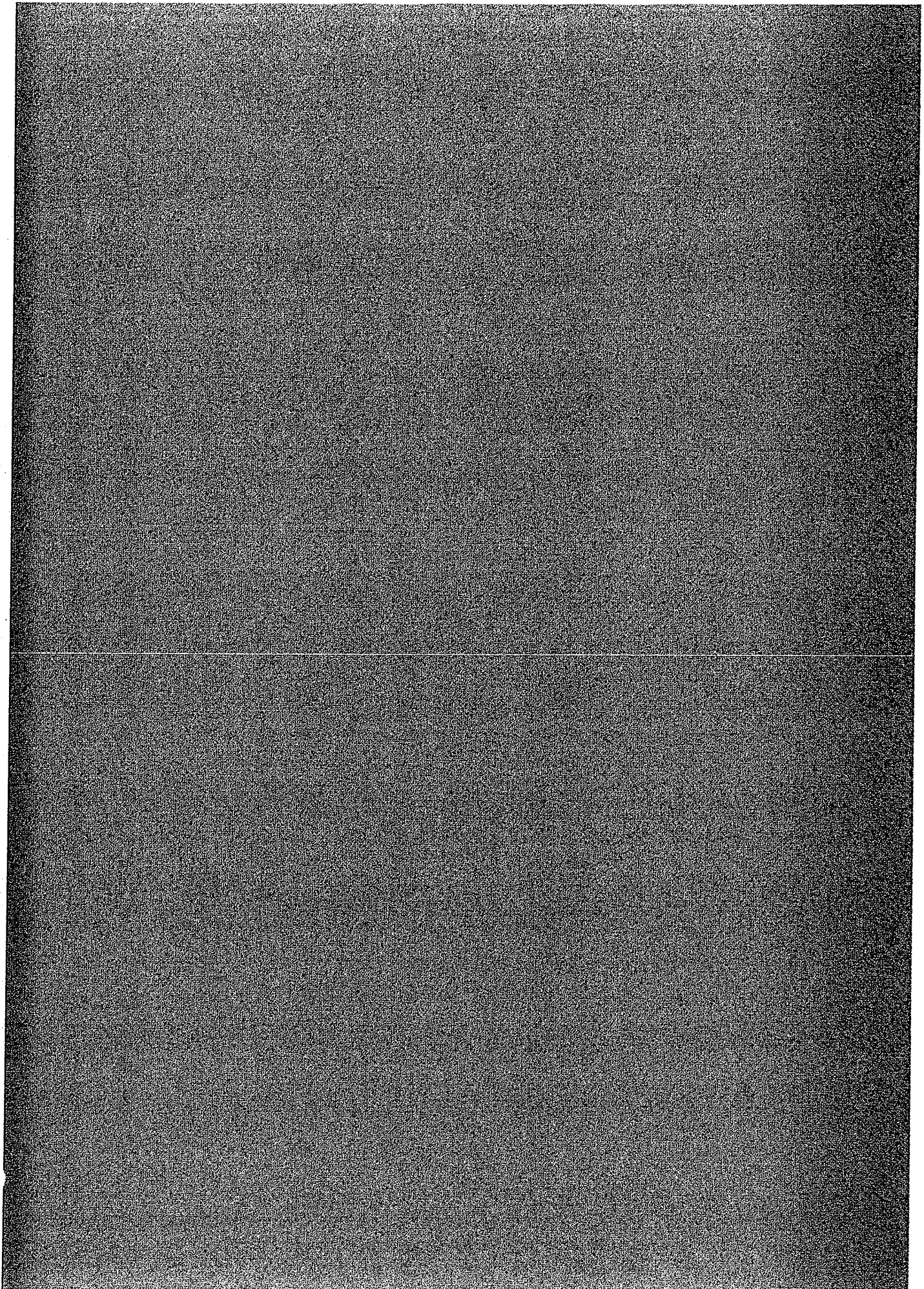


Observations:

Ecart(s) n° :

Cet enregistrement est à mettre dans le dossier de confirmation





Châtenay-Malabry, le 23 avril 2007

30209

COPIE CERTIFIÉE  
CONFORME DES DONNÉES  
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

## RAPPORT D'ANALYSE N° 5

Demande d'analyse de l'USADA du 13/04/2007

Sport : **USADA**  
Épreuve et lieu : **Réanalyse**  
Date : **16/04/2007**

**Réception de(s) l'échantillon(s) d'urine :**

Date : **16/04/2007**  
Type de matériel : **Berlinger**  
Nombre d'échantillon(s) : **6 (sur 10 échantillons reçus)**  
Nombre de rapport(s) d'analyse : **5**  
Référence de(s) l'échantillon(s) : **825423 - 825425 - 825426 - 825427 - 993856 - 993865**

Résultats (Cf référentiels en vigueur : AMA 2007)

Date de début des analyses : **16/04/2007**

**Méthodes d'analyses utilisées** : Chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse et chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse de rapport isotopique.

**Conclusions :** L'analyse par spectrométrie de masse de rapport isotopique n'indique pas une prise de Testostérone ou de l'un de ses précurseurs sur la base de l'absence d'appauvrissement isotopique significatif des métabolites cétoniques et diols de la Testostérone

NB : Echantillon n° 993865 : la valeur isotopique du 5 $\alpha$ -androstanediol n'a pas pu être déterminée en raison de sa faible concentration dans l'échantillon.

J. de CEAUBRIZ  
Directeur



**Destinataire :**

- USADA - T. Tygart (1330 quail lake loop - suite 260 Colorado Springs - CO 80906 - USA)

**Copie :**

- Union Cycliste Internationale - A. GRIPPER (CH 1860 AIGLE - SUISSE)

Le laboratoire n'est pas responsable du prélèvement des échantillons. La reproduction de ce rapport d'analyse n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il est confidentiel et comporte 1 page(s).

1/1